

SECRET/ CONTROL - U.S. OFFICIALS ONLY

SECURITY INFORMATION

German Democratic Republic

FDD [REDACTED]

25X1C

25X1C TECHNICAL DOCUMENTS OF THE ERKNER INSTALLATION (39 pp; German; undated; date of information: [REDACTED] distribution date: 24 November 1952.)

This 39 page photostated document on the Erkner installation consists of the following parts:

1. A six page report on the anthrazene installation in Erkner. According to this report the installation was built upon request of the Ministry for Ferrous Metallurgy of the USSR. Professor (fnu) Kusyrov and Dr. (fnu) Isayenko, supervised the construction of the installation. The report gives a description of the installation and its operation, and lists the results of trial production in 1947 and 1948. Laboratory tests with anthrazene, phenantrene, carbazole, and acenaphthene are mentioned briefly.
2. A four-page blueprint of the pipe connections at the tar distillation part of the Erkner Work.
3. A simplified one-page blueprint of the tar distillation plant.
4. A two-page blueprint of the benzol distillation department.
5. A flow chart on benzol production.
6. A flow chart on carbohic acid production.
7. A table giving technical data on tar products.
8. A four-page technical description of the tar distillation department.
9. A 19-page report on the carbohic acid factory at Erkner, including capacity, power requirements, labor force, construction, / raw materials, etc.

25X1

25X1A / Foreign language document on microfilm of it [REDACTED] is available in the CIA Library, [REDACTED]

Return to CIA Library

22 December 1952

SECRET/ CONTROL
US OFFICIALS ONLY

CLASSIFICATION

SECRET

SECURITY INFORMATION

CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

INFORMATION REPORT

REPORT NO. 13350

CD NO.

25X1A

COUNTRY East Germany

DATE DISTR. 24 November 1952

SUBJECT Erkner Technical Documents

NO. OF PAGES 1

PLACE
ACQUIRED

NO. OF ENCLS. 9 (1 page)
(LISTED BELOW) (39 photostats)

DATE OF IN
ACQUIRED

SUPPLEMENT TO 25X1X
REPORT NO.

The attached photostated copies of Erkner technical documents are sent to you for retention.

THIS DOCUMENT HAS AN ENCLOSURE ATTACHED
DO NOT DETACH

Zy

CLASSIFICATION

SECRET

STATE	NAVY	NSRB																	
ARMY	AIR	OSI	x																

DO NOT DETACH

SECRET

A six-page undated ZAMT report on the anthracene installation at Erkner. It is stated in this report that the installation was built upon request of the "Ministry for Black Metallurgy of the USSR", and that Prof. (fnu) Kusyrov and Dr. (fnu) Isayenko supervised the construction of the installation. The report gives a description of the installation and its operation, lists the results of trial production in 1947 and 1948, mentions laboratory tests with anthracene, phenanthrene, carbazole, acenaphthene. (6 pages).

A four-page blueprint of the pipe connections at the tar distillation part of the Erkner works.

A simplified one page blueprint of the Erkner tar distillation plant.

A two-page blueprint of benzol distillation operations at Erkner.

A flow sheet of benzol production at Erkner.

A graph of carbolic acid production also at Erkner.

A table of data on Erkner tar products.

A four page technical description of tar distillation in Erkner.

A 19 page report on carbolic acid production in Erkner.

SECRET

SECRET

B e r i c h t

25X1A

Teerchemie Erkner - Anthrazenanlage.

I. Auftrag

Im Auftrage des Ministeriums für schwarze Metallurgie der UdSSR wurde in Erkner eine Anlage zur Gewinnung von Anthrazen bzw. Carbazol als angereichertes Schmelzergut gebaut. Die Herren Prof. Kusyrow und Dr. Isajenko haben den Aufbau der Anlage überwacht. - Bis zu seinem Abgang in die Tschechoslowakei erteilte Dr. Kahl ehem. Direktor der Rütgerswerke Anweisungen an Erkner für die Gewinnung und Aufarbeitung der betreffenden Fraktionen. Mit dieser Anlage soll versucht werden, angereichertes Anthrazen- und Carbazol-Schmelzergut zu gewinnen und aus diesem in Laboratorium durch Umkristallisieren usw. einige Milo Rein-Anthrazen und Rein-Carbazol herzustellen.

II. Beschreibung der Anlage und des Arbeitsprozesses:

(Siehe Rohrleitungsschema für Anthrazen-Anlage TA/10/40826/20).

Die von den Teerdestillationen kommenden Fraktionen, welche auf Anthrazen, Carbazol usw. aufgearbeitet werden sollen, werden durch die Leitung (Pos. 1) über den Verteiler (2) in die Sammelbehälter (1, 2, 3), die mit Dampfanschluss versehen sind, gedrückt. In diesen Behältern wird das Gut auf ca. 120°C erhitzt und durch Pressluft über die Rohrleitungen (6, 7, 8, 9, 10) in die Porzess-Reumann-Kühler I, II, III, IV gedrückt. Der Inhalt eines Kühlers beträgt 12 cbm; jeder Kühler hat 14 Lamellen mit 48 qm Kühlfläche. Für den Versuchsbetrieb genügt 1 Kühler. - Das gekühlte Gut, dem u.U. ein Lösungsmittel zugegeben wurde, wird durch Abstreifer von den Lamellen abgeschieden, damit die Kühlung gleichmäßig gut vor sich geht.

Die auf die erforderliche Temperatur abgekühlte Fraktion geht durch beheizte Sammelleitungen (15, 18, 36) zur Duplex-Dampfpumpe (19), welche sie über die beheizte Leitung (20) zum Rührwerk (21) drückt. Dieses ist mit einer Spiral-Rührwerk versehen, das durch Motor angetrieben wird und 1 - 2 U/Min. macht. Der Zweck des Rührens ist, eine Ablagerung der Kristalle zu verhindern. Das Gut fließt nun durch die Produktleitung (23) zur Zentrifuge (39), wo es bis zur Trockene abgeschleudert wird. Die Zentrifuge wurde von der Firma Haubold, Chemnitz, speziell für Medien dieser Art gebaut; ihre Drehzahl beträgt 750 U/Min. Das abfließende Öl geht über das Abfluss-Wechselventil (24) durch die Zwischenleitung (25) zu dem Verteiler (26) von wo es teilweise über Leitungen (30, 31, 34) zu den Behältern 3, 4 und 5 fließt. Das trocken abgeschleuderte Gut wird kurze Zeit mit Spülöl nachzentrifugiert; das abfließende Spülöl läuft durch die Leitung für gebrauchtes Spülöl (28)

SECRET

BEST COPY
Available
THROUGHOUT
FOLDER

6/24/98

SECRET

25X1A

- 2 -

zum Behälter 6. Das frische Spülöl wird aus dem Behälter 3 durch die Spülöl-Leitung (42) zur Zentrifuge gedrückt.

Zwischen den Porgess-Neumann-Kühlern I, II und der Zentrifuge existiert eine direkte Verbindungsleitung (15, 16, 17, 23). Das abgeschleuderte Gut wird abgeschabt und fällt durch einen Trichter in Wasser u. dergl.

Die genaue Kapazität der Anlage wird sich erst nach Aufnahme der laufenden Produktion feststellen lassen. Schätzungsweise werden ca. 1 t Trockengut pro Tag erzeugt werden können.

Für den laufenden Betrieb sind 6 Mann notwendig.

III. Beschreibung der alten Anlage:

Von der nicht mehr bestehenden alten Anthrazen-Anlage sind weder Zeichnungen noch analytische Daten vorhanden. Da die ehemaligen leitenden und Facharbeiter nicht mehr da sind, ist eine Rekonstruktion der Anlage nicht möglich. Herr Kurth weiß nur soviel, dass sie primitiv eingerichtet war. Sie bestand aus 2u fass. Besseln für das Anthrazenöl, 4 mit Filtertüchchen bespannten Besseln und 1 zur Zentrifuge. Das abgeschabte Gut wurde per Hand in die Zentrifuge befördert.

Für Verarbeitung gelangte die Fraktion 200 - 300°C, was zwar wurde so gearbeitet, dass das von Weiterverarbeiter gewaschene 40%ige Anthrazen geschoren werden konnte. Bei dieser Anlage war die Gewinnung von filtriertem Anthrazenöl der Hauptzweck, während das Anthrazen nur als Nebenprodukt gewertet wurde. Carbazol wurde überhaupt nicht hergestellt. Das Anthrazen (40%ig) wurde an das I.G.-Werk Wolfen zur Herstellung von Rein-Anthrazen abgegeben. Herr Kurth von vorher gibt an, dass sich die Laboratoriumsversuche nur auf die Bestimmung des Anthrazen-Gehaltes des fertigen Schmelzergutes erstreckten, da bei der primitiven Einrichtung der Anlage eine andere Aufarbeitung der Anthrazenöl-Fraktion überhaupt nicht möglich war. Er gibt ferner an, dass die Anlage ab 1939 nicht mehr Anthrazen erzeugt hat. Die Kapazität war klein, sie betrug 8 - 10 t Anthrazen (40%) in der Woche.

IV. Bisherige Versuchsergebnisse:

Im Dezember 1947, Januar und Februar 1948 wurden in vier Teerdestillationen aus 172,7 t entwässertem Rohteer von Nichtenberg rd. je 10 t Anthrazen- und Carbazol-Fraktion gewonnen und gesammelt. Die Gehalte an Anthrazen und Carbazol dieser Fraktionen betragen im Durchschnitt

a) Anthrazen-Fraktion: Siedegrenze 300-325°C, Klarpunkt 80°C
10,5 % Anthrazen
3 % Carbazol

b) Carbazol-Fraktion: Siedegrenze 320-350°C, Klarpunkt 85°C
11 % Carbazol
4 % Anthrazen.

V. Nach Fertigstellung der Anthrazenanlage wurden diese 2 Fraktionen aufgearbeitet. Dabei wurden folgende Erfahrungen in maschinentechnischer Beziehung gemacht bzw. Ausbeuten erzielt.

1.) Erfahrungen mit der apparativen Einrichtung.

a) Kühler: Bei den 2 oberen Porgess-Neumann-Kühlern traten bei voller Füllung mit Anthrazen-Fraktion bei einer Temperatur von 20°C starke Schwingungen auf. Anschließend addieren sich

-3-

SECRET

SECRET

25X1A

- 3 -

die Eigenschwingungen der Welle mit denen der Konstruktion. Die erste Untersuchung durch die Laufica ergab, dass die Schwingungen bei Füllung mit Wasser nicht auftreten. Es wird sicher notwendig sein, die Vertikal-Schwingungen durch Einbau von Trägern zu vermindern. Es ist möglich, dass bei halber Füllung der Kühler die Schwingungen nicht auftreten.

Bei Kühler 3 verschob sich die Welle axial um ca. 15 mm. Der Schaden wurde behoben.

Kühler 4 kann nicht in Betrieb genommen werden, da der Motor fehlt.

Die Kühlwirkung der Kühler ist für den Normalbetrieb ausreichend. Bei Temperatur des Eintrittsgutes bis 120°C bereitet es keine Schwierigkeiten, das Produkt auf 15°C abzukühlen. Die Konstruktion muss als unzweckmässig angesehen werden, da ein Reinigen oder Entleeren der Lamellen nicht möglich ist, was sich im Winter sehr unangenehm bemerkbar machen wird. Erforderliche Reparaturen an den Lamellen werden zeitraubend und schwierig sein. Wird eine Lamelle schadhaft, so fällt der Kühler für die ganze Dauer der Reparatur aus. Z.B. müssen bei Beschädigung der 7. Lamelle sämtliche Platzvorrichtungen, der Antrieb und die Stoffbuchsen ausgebaut und die Welle herausgezogen werden, um dann erst die betreffende Lamelle ausbauen zu können.

- b) Rührwerk: arbeitet bisher einwandfrei. Mögl. Reparaturen an Getriebe oder am Rührer können leicht durchgeführt werden.
- c) Zentrifuge: Die bisherigen Versuche, Anthrazen und Carbazol aufzuarbeiten, ergaben folgende Wahrnehmungen: Die Benuttschlagung der Zentrifuge ist ungleichmässig, wodurch Schwingungen auftreten, die aber von der Grösse der Kristalle des Gutes abhängen. So traten beim Abzentrifugieren von Anthrazen keine grösseren Schwingungen auf. Bei Carbazol jedoch, das sehr kleine Kristalle bildet, waren die Schwingungen so gross, dass nicht mit voller Drehzahl (750 n) gefahren werden konnte. Es wurde vermutet, dass die ungleiche Benuttschlagung durch Fugen bei den Stössen der inneren Siebbleche hervorgerufen wird, wobei kleine Carbazol-Kristalle zusammen mit Schleuderöl herausströmen. Am 2.3.48 wurden die Stösse mit Asbest abgedichtet; beim anschliessenden Zentrifugieren von Carbazol traten keine wesentlichen Schwingungen auf.

Erhaltene Produkte:

A. Anthrazen-Fraktion W 20° - 1.110

Die Fraktion geht bei 300 - 325°C über (Labordestillation) entsprechend einem Siedeverlauf von 205 - 240°C bei der Betriebsdestillation, wobei ein Vacuum auf der Vorlage von 680 mm Hg und in der Retorte von 520 mm Hg gehalten wurde. Die Fraktion enthält im Durchschnitt 10,5% Anthrazen und 3% Carbazol.

Die Retortenboden-Temperatur bei der Destillation betrug 410°C.

Bei der Aufarbeitung der Fraktion wurden die Temperaturen variiert, und zwar einmal bei 35°C, die übrigen Male bei 18 - 20°C zentrifugiert. Als Zusatz- und Spülöl wurde gereinigtes Lösungbenzol II verwendet. Schleuderzeit 45 - 60 Min., Spülzeit 1 Min.

-4-

SECRET

- 4 -

Anthrazen-Schleudergutgewinnung.

	<u>angewandte Menge in kg</u>			<u>Tempe- ratur</u>	<u>Schleudergut</u>		<u>Rein- gehalt</u>
	<u>Anthr.Frakt.</u>	<u>LBII</u>	<u>Waschöl</u>		<u>kg</u>	<u>d. Anthr.Frakt.</u>	<u>%</u>
Ia	4 800 (ein	630	-	35°	465	10,3	34,4
Ib	4 200 (Versuch	-	510	18°	630	10,0	17,1
II	4 000	315	-	20°	1345	33,7	18,3
Summe	8 800	945	510		2440	27,7	21,1

Gesamtergebnis berechnet auf Rein-Anthrazen = 315 kg. bei einem festgestellter analytischen Gehalt in der Fraktion von 91,0 kg; die Ausbeute beträgt daher 56%; bezogen auf entwässerten Teer = 0,35 %.

Insgesamt wurden 9 Zentrifugen Schleudergut gewonnen. Bei der Aufarbeitung der 8800 kg Anthrazen-Fraktion wurden rd. 950 kg Zusatzöl und rd. 800 kg Spülöl verbraucht. Betriebsschwierigkeiten bei der Aufarbeitung traten nicht auf. Das geschleuderte Gut fiel trocken an.

B. Carbazol-Fraktion W. 20°C = 1.170

Die Fraktion geht bei 320 - 350°C über (Labordestillation), entsprechend einem Siedeverlauf von 240 - 255°C bei der Betriebsdestillation, wobei ein Vacuum auf der Vorlage von 700 mm Hg und in der Retorte von 500 mm Hg gehalten wurde. Die Fraktion enthält im Durchschnitt 11% Carbazol und 4% Anthrazen.

Die Retortenboden-Temperatur bei der Destillation betrug 500°C und war zeitweise noch höher.

Die Versuchsbedingungen wurden variiert. Um die Kristallbildung zu begünstigen, wurde die 90 - 100°C heiße Fraktion bei den letzten Versuchen direkt ins Kühlwerk gedrückt, also unter Umgehung der Kühler, und dort ruhig stehen gelassen, wobei es auf 18 - 20°C abkühlte. Als Zusatz- und Spülöl wurde bei allen Versuchen gereinigtes Lösungsbenzol II verwendet. Schleuderzeit 60 min., Spülzeit 1 Min.

Da das erhaltene Schleudergut noch nicht analytisch aufgearbeitet ist, kann noch keine Stoffbilanz aufgestellt werden. Es wurde daher ermittelt, dass aus 9200 kg Carbazol-Fraktion ca. 800 kg Schleudergut anfiel; Carbazol-Bestimmungen im Schleudergut dreier Zentrifugen ergaben einen Carbazol-Gehalt von ca. 40%.

Das Resultat war bisher wenig befriedigend, da das anfallende Schleudergut bis auf die ersten Zentrifugen schwierige Konsistenz hat. Die Carbazol-Kristalle sind so klein, dass eine Aufarbeitung durch direktes Zentrifugieren anscheinend nicht zweckentsprechend ist.

Da die letzten Fraktionen bei der Teerdestillation den höchsten Gehalt an Carbazol aufweisen, muss die Destillationstemperatur sehr hoch getrieben werden, wobei die Retortenböden stark leiden. Eine Dauererzeugung von Carbazol ist daher nur möglich, wenn die Retortenbeschaffung gesichert ist.

SECRET

-5-

SECRET

- 5 -

VI. Laboratoriums-Arbeiten.

- 1.) Anthrazen. Es sind Versuche im Gange, durch mehrfaches Umkristallisieren des Anthrazen-Schleuderproduktes mit abgetropptem Leichtöl eine Anreicherung zu bewirken. Man hofft, ein 90 - 95%iges Produkt im Labor unschwer zu erzielen.
Das abgetroppte Leichtöl enthält noch 3 - 4% Basen und 8 - 10% Säuren; der Naphthalin-Gehalt soll so klein wie möglich sein.
- 2.) Phenanthren. Das beim Abzentrifugieren des Anthrazens anfallende Schleuderöl enthält Phenanthren. Es soll redestilliert und dabei eine an Phenanthren angereicherte Fraktion abgezogen werden. Man hofft, dann in Schleuderöl 60 - 70% Phenanthren zu erhalten. Durch Sulfurierung könnte 80%iges Phenanthren im Labor gewonnen werden.
- 3.) Carbazol. Derzeit wird das abgeschleuderte Gut analytisch untersucht.
- 4.) Acenaphthen, Diphenylenoxyd, Fluoren. Um im Labor die Gehalte an den genannten Produkten feststellen zu können, wurden bei der Betriebsdestillation die entsprechenden Fraktionen herausgeschnitten.

Siede-Analysen der Acenaphthen, Diphenylenoxyd und Fluoren-Frakt.
(Betriebsdestillation)

Temp. °C	Acenaphthen-Fraktion	Diphenylenoxyd-Fraktion	Fluoren-Fraktion
Beginn	265°	266°	279°
270°	6%	2%	-
275°	16%	5%	-
280°	53%	11%	-
285°	78%	30%	-
290°	85%	66%	12%
295°	90%	87%	42%
298°	95%	95%	-
300°	-	-	76%
305°	-	-	90%
309°	-	-	95%
Wichte 20°	1.07	1.074	1.085
Klarpunkt	25°	36°	42°
<u>Vacuum:</u>			
Vorlage	660 mm Hg	660 mm Hg	700 mm Hg
Retorte	580 " "	540 " "	540 " "
<u>Temp. °C</u>			
ob. Dephl.			
Anf. d. Frakt.	155°	177°	180°
Ende d. Frakt.	170°	180°	190°
Oberster Kol. Bod.			
Anf. d. Frakt.	175°	175°	175°
Ende " "	180°	182°	202°

SECRET

-6-

SECRET

- 6 -

Je 50 kg dieser Fraktion werden im Laboratorium einer fraktionierten Destillation unterworfen. Diese Arbeiten sind im Gange. Vor der Destillation wird das Gut entsäuert und entbast.

Siede- und Schmelzpunkte der einzelnen Produkte.

	<u>Siedepunkt</u>	<u>Schmelzpunkt</u>
Acenaphthen	279°	95°
Diphenylenoxyd	288°	86°
Fluoren	293°	113°
Phenanthren	340°	98,3°
Anthrazen	342°	216°
Carbazol	353°	244°

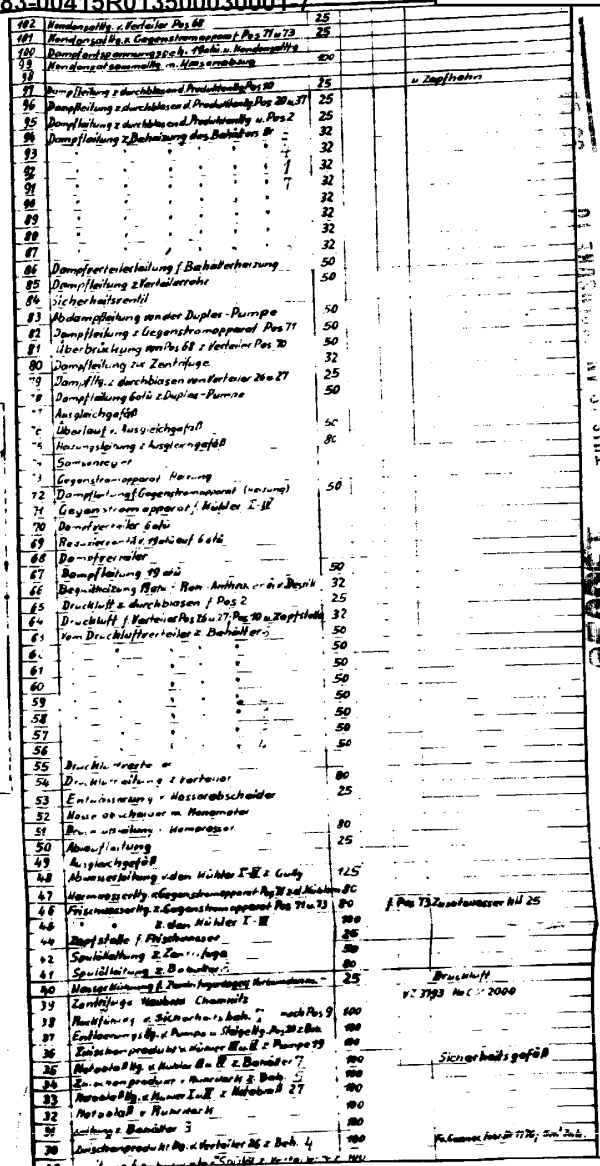
... v. Klemm

DZVB/III 2-fach
Kostoffabrik Lpz. 2-fach

SECRET

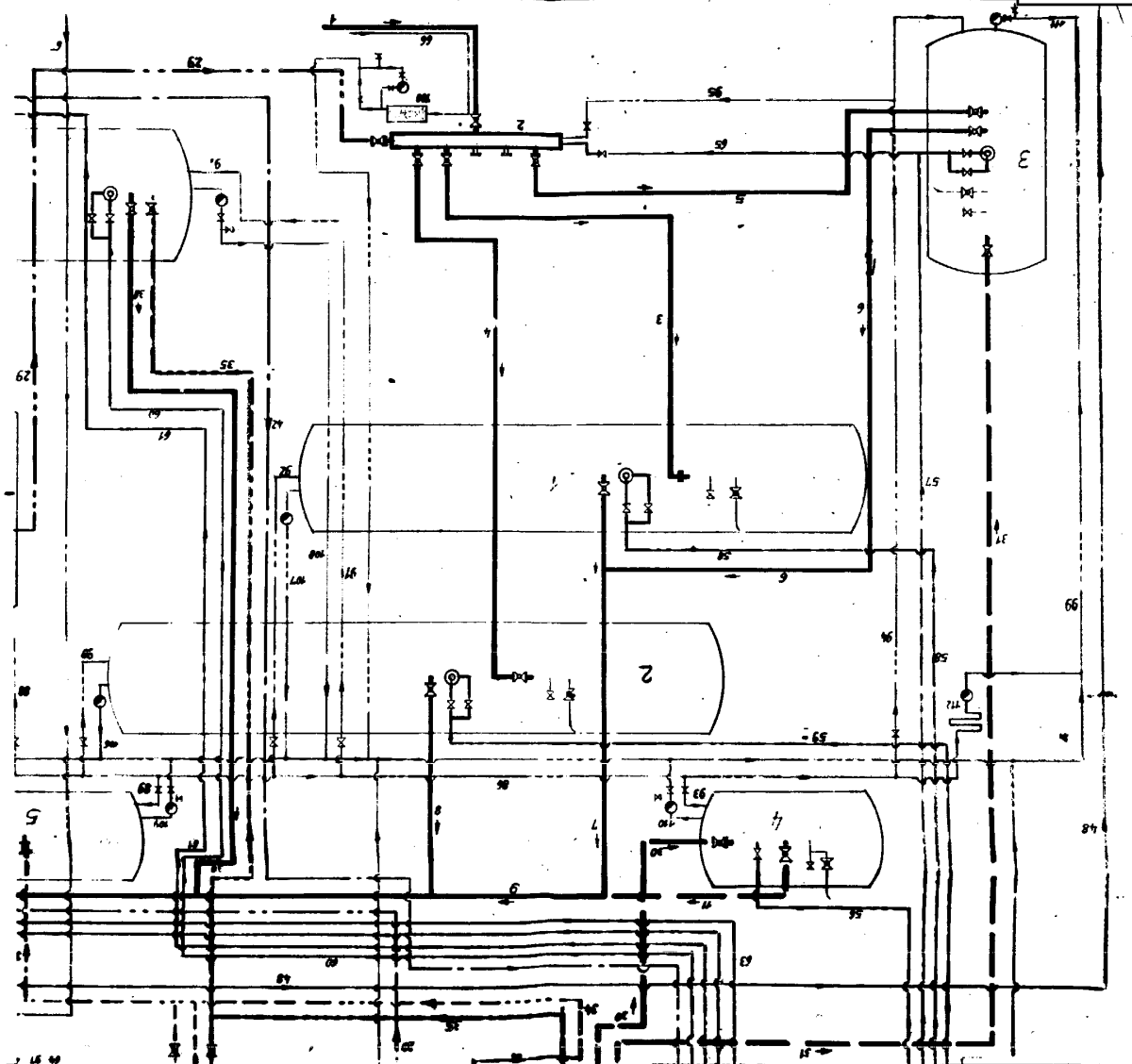
25X1A

156



25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7



SECRET

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

--

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7



SECRET

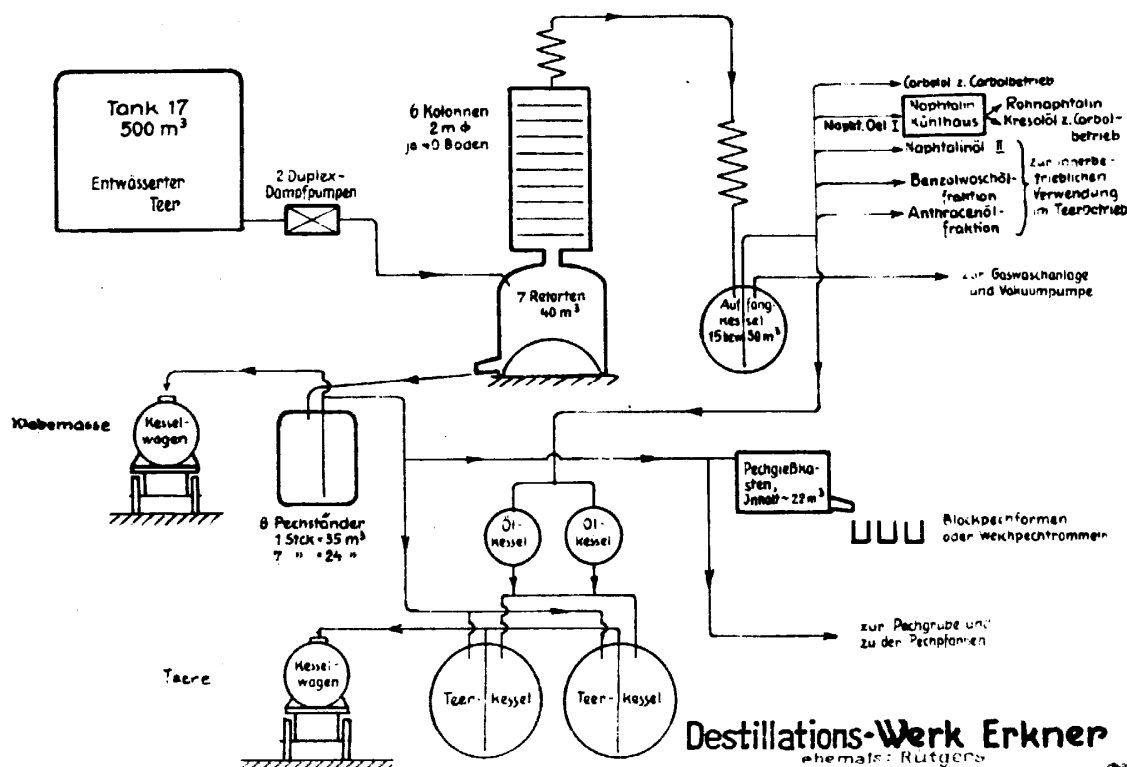
01-7

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7



50		• 1	50	
51		• 3	50	
52		• 4	50	
53	Bruchluftmischung		50	
54	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
55	Entfeuchter z. Massengaschmelzer		50	
56	Massengaschmelzer z. Vertheiler		50	
57	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
58	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
59	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
60	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
61	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
62	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
63	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
64	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
65	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
66	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
67	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
68	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
69	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
70	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
71	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
72	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
73	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
74	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
75	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
76	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
77	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
78	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
79	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
80	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
81	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
82	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
83	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
84	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
85	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
86	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
87	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
88	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
89	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
90	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
91	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
92	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
93	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
94	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
95	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
96	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
97	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
98	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
99	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	
100	Bruchluftmischung z. Vertheiler		50	

Vereinfachtes Schema der Teerdestillation



Retorte 1: ~~alt, Kohlenfeuer~~, Kohlenfeuer, geflickter Boden,
 " 2: ~~ne Einbau, ohne Kolonne~~,
 " 3: alt, Kohlenfeuer
 " 4: ~~alt, Kohlenfeuer~~
 " 5: Kohlenfeuer, Rep. u. d. d.
 " 6: ~~alt, Kohlenfeuer~~
 " 7: neuer Boden, Kohlenfeuer

1 Retorte = 40 m³ entwässertes Teer (~40 t)
 Dauer einer Destillation 24-36 Std.
 Abkühlung 4-6 Std. (Vakuum 10-20 mm Hg)
 Ausbeute ca. 22 t Pech
 oder " 25 t Anthracen
 " 32 t St. werksteer
 " + Öl ca 40 t prop. Teer

Differenz: Öle und Verlust

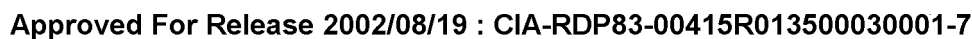
Energieverbrauch:
 mit Heizöl ca. ca. 1 t je Retorte
 " Braunkohle ca. 25-3 t " "
 bei Ölfeuerung " 500 kg Dampf je " "
 zusätzlich ca. 100 kWh je Retorte
 für Exhauster und U-Verwindmotoren.

Destillations-Werk Erkner

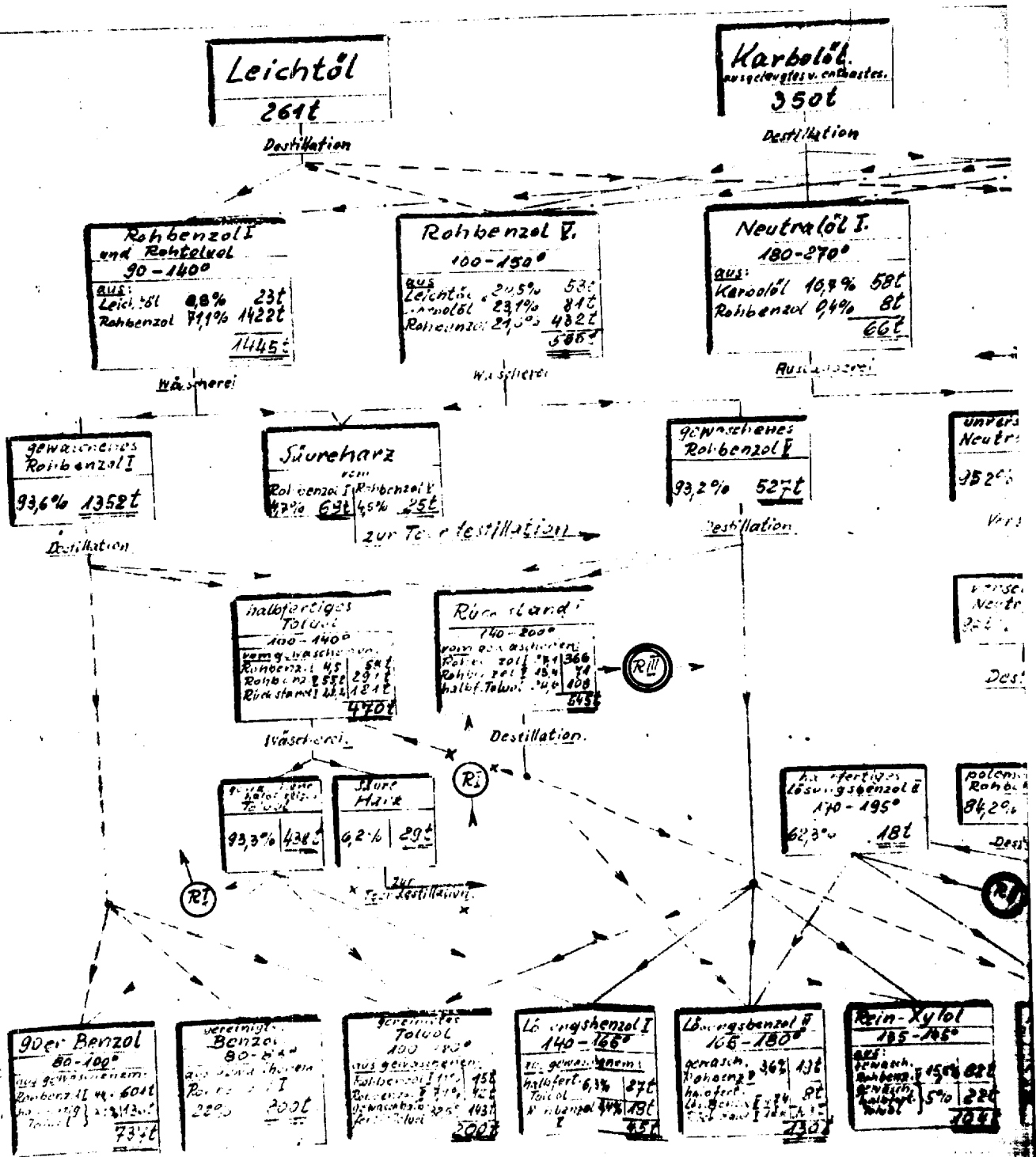
ehemals: Rütgers
 Erkner, den 20. Februar 1947

SH 503

SECRET



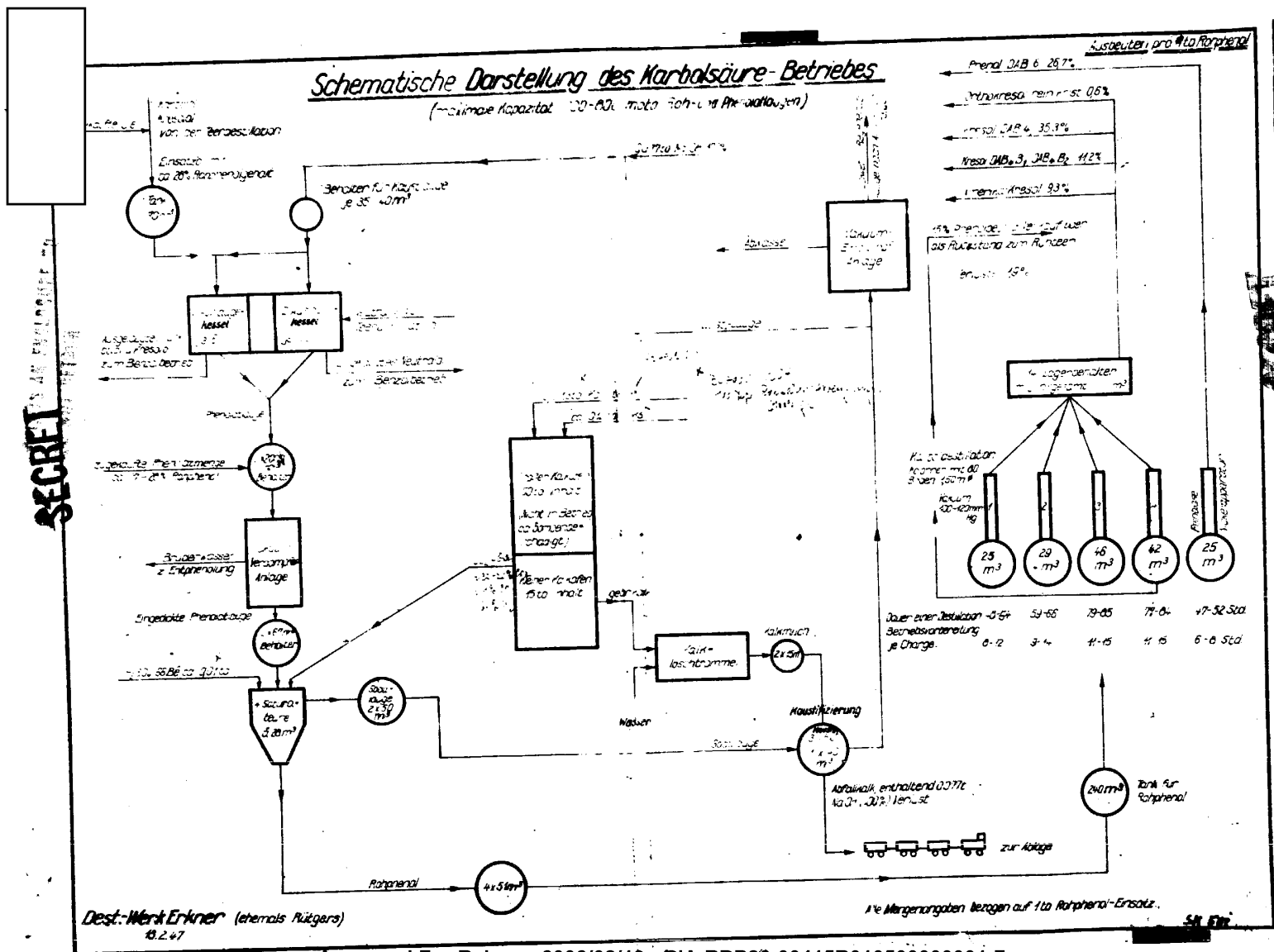
SECRET



SECRET



25X1A



25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

SECRET

Markier Teerprodukte

Produkte	Spez. Gew. b. 20° ca.	Spez. Verbrauch C. Rohrteer Dampf t ca.	Spez. Verbrauch je Tonne Kohl t	Stunde	Temperatur Giedegrenzen
Leichtpech	1,22	1,8	0,6	17	0,09 Beginn ca. 250° C.
Hartpech	1,27	2,1	0,65	20	0,11 " über 300° C.
Kabelteer	1,15	1,15	0,58	18	0,09 " " 240° C.
Stahlwerksteer	1,18	1,25	0,58	16	0,09 " ca. 225° C.
präp. Teer	1,15	1,15	0,55	16	0,09 " " 225° C.
Strassenteer	1,18	1,30	0,58	16	0,09 " " 225° C.
Teerölgemisch	1,04	5	0,62	17	0,09 220°-320° C.
Benzolmaschöl	1,03	11	0,62	17	0,09 225°-290° C.
schweres Teeröl					
Naphthalin-Asche	1,04	15	0,64	18	0,09 235°-290° C.
Reichheizöl	1,07	4	0,52	15	0,09 220°-350° C.
Kohnaphthalin	0,8	28	0,92	15	0,08 210°-230° C.

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

SECRET
 TO NOT DETACH

Abschrift / St.

Betriebsbeschreibung des
Teerbetriebes.

A.) Teerentleerung.

Der Rohrteer wird im Werk hauptsächlich durch Kesselwagen, zum Teil durch den 100 t fassenden Tankkehl Erkner II, ausgeführt. Die Kesselwagen werden, soweit sie eine Heizungsanlage besitzen, durch diese, sonst durch direkten Niederdruckdampf aufgewärmt und in die Teerrinne oder Teergrube abgelassen. Von dort wird der Teer mit Duplex-Dampfpumpe in den 2000 obm fassenden Rohrteertank (Nr. 3) gepumpt. Der Tank ist zwar isoliert, jedoch ist seit 1943 die Heizungsanlage defekt und blindgeflanscht. Zusätzlich kann zum Ablassen von Kesselwagen, insbesondere solcher mit tiefliegendem Ablauf, auch die alte Teergrube von etwa 100 obm Inhalt benutzt werden. Eine zweite Duplex-Dampfpumpe in unmittelbarer Nähe der Grube gestattet von hier zur Teerentwässerung oder in den Vorrattank zu pumpen.

An der Teerrinne können gleichzeitig 5 Kesselwagen, an der Teergrube 2 Kesselwagen entleert werden. Die Entleerungszeit eines normalen Kesselwagens beträgt im Sommer ca. 2 Stunden, im Winter kann sie bei starkem Frost bis auf 24 Stunden und länger, je nach dem Reichhalt des Rohrteeres, ansteigen.

B.) Teerentwässerung.

Zur Teerentwässerung, die kontinuierlich arbeitet, dient die Entwässerungsblase 1 von 18 obm Fassungsvermögen. Sie wird mit auf 10 at reduzierten Hochdruckdampf beheizt. Der Rohrteer wird mittels Kreislaufpumpe aus dem Tank 3 oder mittels Duplex-Dampfpumpe aus der Teergrube kontinuierlich der auf einer Temperatur von 130 - 140° gehaltenen Entwässerungsblase zugeführt und läuft mit einem Wassergehalt von Spuren bis 0,3 % über einen Syphon (der das Leerlaufen der Blase verhindert) am unteren Ablauf der Blase in freiem Fall in den Vorrattank (Nr. 17) ab. Dieser Tank hat ein Fassungsvermögen von ca. 500 obm. Die bei der Entwässerung abdestillierenden Wasser- und Leichtöldämpfe werden in Kühler kondensiert und dann durch Schaugläser dem Scheidebehälter zugeführt. Aus diesem läuft, nach dem Prinzip der kommunizierenden Röhren, oben das Leichtöl und unten das Ammoniakwasser durch Steigrohr in die im Keller liegenden Auffangskessel. Von hier wird das Leichtöl zur Weiterverarbeitung zum Benzolbetrieb mit Druckluft gedrückt und das Ammoniakwasser mit einem Gehalt von knapp 1 % NH₃ und ca. 0,5 % Phenol der Entphenolung zugeleitet.

Die Leistung der Teerentwässerung beträgt bei den jetzt meist ziemlich hohen Wassergehalten unserer Rohrteerzulieferungen (zwischen 10 und 20 % Wasser) 100 bis 150 t entwässertes Teer in 24 Stunden. Der Dampfverbrauch der Entwässerungsblase liegt nach früheren Erfahrungen (Dampfmesser sind noch nicht wieder vorhanden) bei ca. 3 t je Stunde. Die größere Reserve-Entwässerungsblase 2 hat erheblichen Brandschaden seit dem Bombenangriff und wird jetzt repariert.

C.) Teerdestillation:

Der im Vorrattank 17 (isoliert) angesammelte entwässerte Teer

-Blatt 2 -

SECRET

SECRET

- Blatt 2 -

wird mit einer Temperatur von ca. 100° chargenweise in die Teerdestillation zur Füllung der Retorten abgegeben. Mittels Dampf- (Reservepumpe vorhanden) wird der entwässerte Teer in die Retorten gepumpt, wobei eine gewisse Abkühlzeit der Retorten nach dem Ablassen der vorhergehenden Charge einzuhalten ist. Wenn beim Ablassen der Retorten keine Schwierigkeiten eintreten, was infolge Benutzung von dampfbeheizten (aber leider sämtlich undichten) Dreiwegehähnen sehr häufig der Fall ist, liegt normalerweise zwischen Ablassen und Füllen der Retorten eine Pause von ca. 6 Stunden. Das Füllen der Retorten erfolgt unter geringem Vacuum, damit (wegen der auftretenden Oldämpfe) die Höhe der Füllung genau gemessen werden kann. Gefüllt wird ca. 70 - 80 mm von vom oberen Meßstutzen aus (freier Raum), so daß die normale Füllung rund 40 cbm = rund 42 t beträgt. Die Retorten werden teils mit Ölföhrung (jetzt nur noch Retorte 6), teils mit Braunkohlenbe-föhrung beheizt. Letztere erfolgt von Hand, da die automatischen Auf-föhrungen nur für Steinkohlen gebaut sind und abmontiert werden. Infolge der überaus starken Angriffe des Feuerwerkes der Ölgeföhrten Retorte soll auch die letzte bald auf Kohlenföhrung umgebaut werden. Für die Heizung von drei kohlengeföhrten Retorten genügt 1 Heizer.

Der Destillatöhr nimmt folgende Fraktionen ab:

1. Karbolöl vom Beginn bis zum Auftreten von Naphthalinausscheidungen.
2. Naphthalinöl I vom Ende des Karbolöls über den höchsten Klarpunkt (Kristallisationspunkt) bis abwärts Klarpunkt 30°.
3. Naphthalinöl II vom Klarpunkt 30° bis zum Verschwinden der Naphthalinausscheidungen.
4. Benzolvaschöhrfraktion bis zum Auftreten der ersten Kristallauscheidungen.
5. Anthracenöhrfraktion nach der Schulzeschen Öhrspindel bis zum Spindelgrad 55° bei Reichpech und bis zum Spindelgrad 61 - 64° (je nach Lechgehalt) bei Brikkettpoch. (Erweichungspunkt 60 - 75° nach Krümer-Garnow).

Sämtliche Angaben beziehen sich auf Proben aus dem laufenden Destillat.

Zur Charakterisierung und Weiterverarbeitung der abgenommenen Öhrfraktionen sei folgendes gesagt:

1. Das Karbolöl ist ein vorzugsweise Phenol, Kresol, höhere Benzole und wenig Pyridinbasen enthaltendes, praktisch kristallfreies Öl mit einem spez. Gewicht von 0,97 - 0,98 bei 20°. Seine Siedegrenzen liegen etwa zwischen 150 und 225°. Das Öl wird an den Karbolbetrieb zur Weiterverarbeitung abgegeben. Die Ausbeute beträgt etwa 5 - 7 % vom entwässerten Teer.
2. Das Naphthalinöl I (Ausbeute etwa 6 - 8 %) wird zum Naphthalinkühlhaus gedrückt. In den Kühlkästen kühlt es im Winter etwa 3 Tage, im Sommer etwa 1 Woche bis auf Außentemperatur aus. Die flüssigen Bestandteile (Kresolöl) werden in Vorratskessel abgelassen und von dort zum Karbolbetrieb zur Weiterverarbeitung geleitet. Die festen Bestandteile sind das sogenannte Roh-naphthalin. Dieses wird aus den Kästen von Hand auf die Tropf-

SECRET

-Blatt 3 -

SECRET

25X1A

- Blatt 3 -

bühne abgeworfen und besitzt nach mindestens 1 - 2 tägigen Abtropfen einen Erstarrungspunkt von etwa 65 - 75°. Das Kresolöl hat etwa die gleichen Siedegrenzen wie das rohe Naphthalinöl I (etwa 195 - 225°) und besitzt auch das gleiche spez. Gewicht von etwa 1,00. Es enthält hauptsächlich Kresole, etwas Phenol, höhere Benzolhomologen (Lösungsbenzol II und Schwerbenzol) und hochsiedende Basen. Die Ausbeute an Rohnaphthalin und Kresolöl beträgt je rund 50 % der Naphthalinöl I-Menge.

3. Das Naphthalinöl II besitzt folgende Eigenschaften: Siedegrenzen etwa 210 - 240°, spez. Gewicht 1,01 und enthält praktisch kein Kresol und gar kein Phenol, wohl aber Xylene. Benzole sind in ihm nicht mehr vorhanden. Es dient zur innerbetrieblichen Verarbeitung im Teerbetrieb. Im Gemisch mit anderen noch schwereren Teerölen zu Mischungen von Teeren aller Art und zur Herstellung von Heizöl, Benzolwaschöl, Treiböl usw. Die Ausbeute beträgt ca. 5-6 %.
4. Die Benzolwaschölfraction ist die Grundlage und der Hauptbestandteil der Benzolwaschölfabrikation und Treibölfabrikation. Sie wird als solche oder mit geringer Beimischung von Naphthalinöl II und Anthracenöl verkauft. Die Siedegrenzen liegen etwa zwischen 225 und 280°, das spez. Gewicht bei 1,02 - 1,04. Die Ausbeute beträgt etwa 6 - 8 %, und ist etwas davon abhängig, ob dem Kohteer ausgebrauchte, zurückgelieferte Benzolwaschöle beigemischt wurden.
5. Die Anthracenölfraction siedet etwa von 270 - 340°. Da die Filtration zwecks Herstellung von filtriertem Anthracenöl und Karbolineum, wie es früher gewonnen wurde, nach dem Bombenangriff infolge Zerstörung aller entsprechenden Betriebsteile nicht mehr möglich ist, wird das Anthracenöl nur zur Einstellung von Teeren aller Art mit und als Zusatz zu Ölen, wie Heizöl, Pechheizöl usw. benutzt. Sein spez. Gewicht liegt etwa bei 1,05 - 1,10. Die Ausbeute beträgt bei der Destillation auf Hartpech etwa 12-15 %, je nach der Härte des gewonnenen Peches.

Wegen der Knappheit der Wechselvorlagen wird häufig das Naphthalinöl II und das Anthracenöl in dieselbe Vorlage destilliert, was im Hinblick auf die Verwendung als Einstellöl ohne Belang ist. Hat die Retorte annähernd den gewünschten Endspindelgrad erreicht, so wird sie abgefeuert und zur Ausnutzung der Hitze des Feuerraumes noch solange weiter destilliert, wie eine nennenswerte Destillatmenge abläuft. Das Vacuum kurz in der Retorte wird nunmehr durch Zusatz von Wasserdampf (Niederdruck) von der Vorlagenseite her aufgehoben, sodaß sich auch die Kolonnen mit Dampf füllt. In früheren Jahren, als der große Kalkofen des Karbolbetriebes überschüssige Kohlensäure abgeben konnte, wurde als Schutzgas (wegen der Explosions-Gefahr) anstelle von Dampf Kohlensäure benutzt. Nach etwa 1 - 2-stündiger Auskühlung des Feuerraumes wird der Retortenrückstand (Weichpech oder Pech) in die Pechständer abgelassen. Nach 4 - 5-stündiger Abkühlzeit wird dann aus dem Vorrat an entwässerten Teer neu gefüllt.

Zur Kontrolle der Destillation dienen zusätzlich noch folgende Einrichtungen:

An Destillationsstand befinden sich Schaugläser mit Röhrenschhler, die es gestatten, den Lauf und die Menge der Destillate zu beobachten. Der Dephlegmator auf jeder Kolonne regelt durch Zugabe von mehr oder weniger kaltem Wasser und entsprechender Haltung eines

- Blatt 4 -**SECRET**

SECRET

- Blatt 4 -

gewissen Wasserstandes vor allem in der Karbolöl- und Naphthalinöl I - Periode die Menge des Kolonnenrücklaufes und damit die Güte der Fraktionierung. Manometer am Destillierstand gestatten die Kontrolle des Vakuums, das möglichst hoch sein soll und im allgemeinen 100 - 200 mm Quecksilber (absolut) beträgt. Thermometer in den Destillatleitungen zeigen die Destillattemperaturen an, die unter Berücksichtigung des jeweiligen Kristallisationspunktes der laufenden Fraktionen möglichst niedrig zu halten ist. Am Destillationsstand befindet sich ferner ein Meßinstrument, welches durch Umschaltung die Temperatur jedes einzelnen Retortenbodens mit Thermoelement zu messen gestattet. Diese Kontrolle ist von großer Wichtigkeit, da durch Ablagerung von Koks und Asche auf den Retortenböden, die im Laufe einer Reihe von Chargen regelmäßig eintritt, eine Gefahr für den Boden durch Verzunderung entsteht. Bei Feststellung zu hoher Bodentemperatur (mehr als 500°) muß die betr. Retorte stillgelegt und gereinigt werden. Diese Reinigung erfordert im allgemeinen 2 - 3 Tage Auskühlzeit und 3 Tage Reinigungszeit, da die Koks- und Ascheschichten außerordentlich fest haften (anbrennen) und zentimeterweise mit dem Keisel abgeklopft werden müssen.

Der Destillationsdruckstand der Retorte beträgt rund 22 - 23 t Pech vom Erweichungspunkt 60 - 75 nach Kramer - Sarnow, bei Destillation auf Weichpech rund 27 - 28 t Klebemasse vom Erweichungspunkt 40 - 45°. Zwecks möglichst vollständiger Gewinnung der Benzolwaschölfraction, die in großen Ausmaßen von den Teeröllieferanten für die Benzolwäsche gebraucht und verlangt wird, werden die Retorten im allgemeinen bis auf Weichpech abdestilliert. Dieses wird entweder direkt in isolierten Kesselwagen oder in Trommeln verkauft oder durch Zugabe entsprechender Einstellblei auf Straßenteer, Stahlwerksteer, Bunasteer, Kabelteer, präp. Teer usw. eingestellt. Hierzu ist jedoch noch zu bemerken, daß die Type-Vorschrift für Straßenteer einen gewissen Gehalt an Benzolwaschöl verlangt. Die Einstellung dieser Teers geschieht in sogenannten Straßenteerkesseln 174 und 177, die rund 85 bzw. 87 cbm Füllraum besitzen. Die Straßenteerkessel liegen von den Pechständen ca. 400 mtr. weit ab, so daß im Winter die Gefahr besteht (und auch schon eingetreten ist), daß das Weichpech in der zwar isolierten, aber nicht beheizten Leitung erstarrt und die Leitung sich zusetzt. Die erforderliche Arbeit des Abnehmens und Ausbrennens der Leitung bzw. Auftauen mit Dampf ist naturgemäß außerordentlich unangenehm und zeitraubend. Von den Straßenteerkesseln wird der betreffende dort eingestellte Teer, nach doppelter Kontrolle durch das Laboratorium mit Druckluft in Kesselwagen gefüllt oder zur Abfüllung in Fässer in die hierfür besonders aufgestellten Abfüllbehälter auf Hof II gedrückt. Weichpech wird teilweise direkt in isolierte Kesselwagen gefüllt und verkauft oder aber über eine isolierte Vorlage in Trommeln zum Verkauf abgefüllt. Pech vom Erweichungspunkt 60 - 75° wird über die gleiche Gießvorlage in Gießformen gegossen und nach dem Erkalten als sogenannter Blockpech ausgeschlagen und lose in Waggons oder Autos verladen. Es besteht auch die Möglichkeit, Pech in im Freien stehende Kühltürme zu drücken, nach dem Auskühlen herauszuheben und lose auf Autos zu verladen (Bahnschluss hier nicht vorhanden). Für Zeiten schlechten Pechabsatzes dienen gemauerte Pechgruben zum Stapeln und Auskühlen größerer Pechmengen.

Luft von dem einen zum anderen Retortenstand geleitet.

c) Baumaterial.

Die Apparaturen sind alle aus Schmiedeweisen gefertigt, die Reinkarbolblase hinter dem Dephlegmator aus Nickel.

-Bl.2-

SECRET

SECRETA b s c h r i f tTeerdestillation und Chemische Fabrik Erkner.K a r b o l f a b r i kI. Allgemeines über die Karbolfabrik.a) Kapazität.

Die Kapazität des Karbolsäurebetriebes beträgt augenblicklich durch Inbetriebhalten des kleinen Kalkofens (Durchsatz an Kalksteinen 13 t/200 m³ Rohsäure. Für den normalen Betrieb steht ein großer Kalkofen mit 45 t/200 Kalksteindurchsatz zur Verfügung - zurzeit nicht betriebsfähig - bei dessen Inbetriebhaltung die effektive Kapazität der Anlage 700 - 800 m³ Rohsäureerzeugung beträgt. Die Anlage selbst ist für 800 - 1000 t Rohsäure und Aufspaltung in Verkaufsprodukte geplant. In der Anlage sind daher augenblicklich noch freie Kapazitäten vorhanden. Außerdem wird durch schwankende Versorgung mit Energie nicht immer in allen Teilen die Kapazität restlos ausgenutzt.

b) Energiebedarf.

Der Energiebedarf des Betriebes kann nicht genau angegeben werden, da keine Meßinstrumente vorhanden sind. Empirisch ermittelt wurden:

pro 1 t Rohsäureerzeugung und Verarbeitung

2 atü Dampf	8,6 t
19 " "	8,6 t
kwh	11,7

c) Arbeitskräfte.

Das Bedienungspersonal des Betriebes sind:

- 1 Betriebsleiter Chemiker
- 1 Betriebskassameister
- 3 Vorarbeiter
- 35 Betriebsarbeiter (incl. Ersatz)
- 3 Laboranten
- 1 Betriebsschlosser

Die technische Überwachung (Reparatur etc.) des Betriebes erfolgt durch die technische Abteilung, die außer dem Karbolbetrieb auch den Teerbetrieb, Benzolbetrieb und die Energieversorgungsbetriebe überwacht.

d) Hilfsstoffe der Rohsäureerzeugung.

An Hilfsstoffen werden für 1 t Rohsäureerzeugung effektiv benötigt unter Berücksichtigung der augenblicklichen Kapazität:

Kalksteine von Rüdersdorf	1,600 t
Koks Brech III	0,160 t
Matronlauge	0,120 t
Schwefelsäure	0,016 t

e) Bewegung der Produkte.

Sämtliche Produkte des Karbolbetriebes werden mittels 2 atü Druckluft von dem einen zum anderen Betriebsteil gedrückt.

f) Baumaterial.

Die Apparaturen sind alle aus Schmiedeweisen gefertigt, die Reinkarbolblase hinter dem Dephlegmator aus Nickel.

-Bl.2-

SECRET

-Bl.2-

SECRET

g) Rohstoffe.

Sämtliche Literaturangaben über die Rohkarbolsäure-Verarbeitung beziehen sich auf die Verarbeitung von Steinkohlenteer. Heute stehen der Teerchemie Erzkner nur Mischteere (Steinkohlenteer- und Braunkohlenteer) und Phenolatlaugen, die bei der Braunkohlenverarbeitung durch Waschen der Abwässer anfallen, zur Verfügung. Die Ausbeuten an Verkaufsprodukten sind daher grundsätzlich andere. Sämtliche Produkte sind durch typischen Braunkohlengeruch gekennzeichnet und zeigen hierdurch ihren Ursprung an.

h) Ausbeuten.

Bei Verarbeitung der unter g) aufgeführten Rohstoffe ist die erzeugte Rohsäure betrieblich aufzuspalten:

Phenol DAB VI	30,4 %
ortho-Kresol LB 29/31	2,4 %
Kresol DAB IV (Gemisch der Isomeren)	33,8 %
Amerikakresol	3,0 %
Phenolpech	29,0 %
Verluste	1,4 %
	<hr/> 100,0 %

Unter Kresol DAB VI sind auch Kresole DAB VI enthalten. Da in der Rohsäure aus Braunkohlen nur geringe Mengen m-Kresol enthalten sind, sind nur geringe Ausbeuten zu erwarten. Die Laboratoriums-Untersuchungen über diese Frage sind noch nicht abgeschlossen, daher kann augenblicklich diese Frage noch nicht erschöpfend beantwortet werden.

II. Rohstoffe.

Die Rohstoffe des Karbolsäurebetriebes sind:

a) die Karbol- und Kresolölmengen.

die aus dem im Teerbetrieb aufgespaltenen Rohsteer, Mittello und Leichtöl anfallen.

Die physikalische Charakteristik der Karbol- und Kresolöle ist:

Karbolöl:	W. bei 20°	0,964
	Rohsäuregehalt	21 %
	Basengehalt	2,5 %
<u>Siedeverlauf:</u>		
	169 180 190 200 210 220 230°	
	8 5,4 42 65 78 90 95 %	

Kresolöl:	W. bei 20°	0,997
	Rohsäuregehalt:	32 %
	Basengehalt	3,2 %
<u>Siedeverlauf:</u>		
	175 180 190 200 210 220 230 242°	
	8 25 39 71 80 85 90 95 %	

-Bl.3-

SECRET

SECRET

-Bl. 3-

b) die zugekauften Rohphenollaugen

vom Elektrochemischen Kombinat Hirschfelde
und aus dem Tanklager der Betalag in Spandau.

Pro Monat werden ca. 200 t Lauge von Hirschfelde
und ca. 100 t von der Betalag

angefahren.

Die Zusammensetzung der Rohsäure dieser Laugen ist im Durchschnitt folgende:

	Hirschfelde	Betalag
Phenol	29,5	30,8 %
Kresol	59,2	39,2 %
Xylenol	9,9	28,6 %
Rückstand	1,4	1,4 %
Verlust		
	100,0 %	100,0 %

c) Neutralöl.

welches von der Destillation des ausgelaugten und
entlasten Karbolöles anfällt.

Die physikalischen Daten dieses Öles sind:

W. bei 20°	0,954
Rohsäuregehalt:	2 %
Basen	0,2 %

Siedeverlauf:

140	150	160	170	180	190	200	208	217°
8	3	9	21	42	66	82	90	95 %

III. Verfahren.

Das Verfahren, nach dem die unter I aufgeführten Rohstoffe in dem
Karbolsäurebetrieb zum Verkaufsprodukt aufgearbeitet werden, ist
folgendes:

a) Auslaugerei.

Prinzip: Das Karbol- und Kresolöl wird mit kaustifizierter Lauge
zusammengegeben. Die Phenole und Kresole des Öles, "Rohsäure"
genannt, reagieren mit dem Alkali und geben Phenolatlauge,
"Dünnlauge" genannt. Die verbleibenden Öle werden nach dem Benzol-
betrieb gegeben und dort weiter aufgespaltet.

Das Neutralöl wird in einer besonderen Auslaugapparatur verar-
beitet. Die anfallenden Phenolatlaugen werden zur Kaustlauge
zurückgegeben. Das resultierende ausgelaugte Neutralöl geht an
zum Benzolbetrieb zur Weiterverarbeitung.

Die Apparatur der Auslaugerei besteht aus 3 Auslaugpfannen mit
den Maßen: 2 m breit, 9,6 m lang, und 0,9 m hoch.

Die Kaustlauge mit einem etwa 8%-igen NaOH-Gehalt wird aus dem
Vorratsbehälter (3 Behälter à 32 cbm, 1 Kessel à 25 cbm) gepumpt,
ebenso das auszulauende Öl (Vorratsbehälter: 1 Tank à 1100 cbm,
1 Kessel 35 ")

Der Betriebsarbeiter stellt Öl und Lauge in dem Verhältnis ein,
so daß das gesamte Alkali der Kaustlauge abgebunden wird und sich

-Bl. 4-

SECRET

-Bl. 4 -

SECRET

ausgelaugten Öl noch ca. 4 % Rohsäure befinden. An Greve-Mengen-
sensoren werden die Öl- und Laugenmengen angezeigt. Pro Stunde werden
ca. 9000 Liter Lauge und 300 Liter Öl verarbeitet.

Das Lauge-Öl-Gemisch gelangt in einen kleinen Mischkessel, wird von
dort mittels Zentrifugapumpe abgepumpt, wobei gleichzeitig Öl und
Lauge kräftig durchgemischt werden und auf die Auslaugepfannen beför-
dert. Diese Pfannen stellen Absatzbehälter dar. Das Öl entmischt sich,
schwimmt wegen seines spezifischen Gewichts oben, wird abgeschöpft
und läuft dem Stapelkessel zu, (Kessel 34 cbm). Die Phenollauge
mit ca. 15 % Rohsäuregehalt läuft wegen ihres hohen spezifischen Ge-
wichtes aus den Absatzpfannen unten aus nach den hierfür vorgesehenen
Lagerkesseln (Kessel 30 cbm). Diese Lauge kommt in der Verdampfan-
lage zur Weiterverarbeitung.

Bei der Auslaugerei entstehend pro Stunde ca. 10 000 Liter Phenolat-
lauge und 2000 Liter ausgelaugtes Öl.

Die Neutralöl-Laugerei wird in 2 Kessel à 11 cbm durch Umwälzen mittels
Kreislumpumpe betrieben. Die Kessel werden mit je 10 000 Liter Öl und
8000 Liter Kautslauge gefahren. Durch Probenahme wird geprüft, wann
das Öl restlos ausgelaugt worden ist. Das fertige ausgelaugte Neutralöl
wird zur Weiterverarbeitung nach dem Benzolbetrieb befördert.

Die angefallene Lauge enthält noch ungebundenes Alkali und wird daher
mit frischer Kautslauge zusammen über Karbol- und -resolöl gegeben.
Durch Teerteilen im Öl und Kalkschlammteilchen in der Kautslauge
scheidet sich in den Auslaugepfannen nach einer Betriebszeit von etwa
4 bis 6 Monaten ein Schlamm ab, der in entsprechenden Perioden entfernt
werden muß. Die Reinigung der Anlage dauert dann ca. 2 Tage. Der
Schlamm wird ausgekaut, ausgekocht, um Glanteile zu gewinnen und gelangt
dann zur Halde.

Arbeitskräfte:

1 Mann pro Schicht

Arbeitszeit:

1 Schicht

Analytische Überwachung

siehe IV.

b) Verdampfanlage.

Prinzip: Die Phenollauge aus der Auslaugerei, als "Dünnlauge"
bezeichnet, wird in der Verdampfanlage eingedickt. Etwa 5 % der
Lauge werden abgedampft. Bei diesem Vorgang werden mitgerissene
Ölteilchen ausgedampft, und es verbleibt eine Lauge, "Dicklauge"
genannt, welche in Natronsäure klerlösliche Rohsäure enthält.

Die Apparatur ist eine Vierkörpervacuum-Verdampfanlage der Firma
Wegelin & Göttinger, Halle. Betrieben wird die Anlage mit 2 stü Dampf.
Die effektive Leistung beträgt 18 bis 20 cbm Dünnlaugeeinsatz pro Stunde.
Der praktische Durchsatz beträgt aber nur ca. 8 bis 10 cbm Dünnlauge-
einsatz. Pro Stunde werden 6 bis 8 cbm Dicklauge und ca. 2 cbm ab-
gedampftes Wasser, "Brüdenwasser" erhalten.

Die resultierende Dicklauge enthält ca. 18 % Rohsäure und ca. 9,5 %
Alkali.

Diese Lauge gelangt dann in der Saturation zur Weiterverarbeitung.
Das anfallende Brüdenwasser wird nach der Entphenolanlage gegeben
und dort entphenolt.

Die in die Verdampfkörper gefahrte Dünnlauge wird in Wärmeaustauschern
durch die Wärme der ablaufenden Brüdenwasser vorgewärmt.

Die Verdampfkörper verkrusten nach einer Betriebszeit von etwa 4 Monaten
so stark, dass, um den Wärmeeffekt wirtschaftlich zu erhalten,
der Wasser- und Kesselsteineinsatz entfernt werden muss. Dies geschieht
mit dem Präparat Antikalzit, welches den Kesselstein löst, aber das
Metall selbst nicht korrodiert.

- Bl. 5 -

SECRET

25X1A

- Bl. 5 -

Im Laboratorium wird durch Festimmung des spezifischen Gewichtes der ordnungsgemäße Ablauf des Betriebes überwacht.

Zugekaufte Phenolatlaugen, deren Rohsäuren klarlöslich sind, werden vor der Verdampfung eingeschleust, wie z.B. die Laugen von Hirschfeld und Spandau.

An Behältern stehen zur Verfügung:

2 Tanks à 200 cbm für Dünnlauge
2 Kessel für Dicklauge, à 65 cbm
" " " Brüdenwasser, 20 cbm

Arbeitskräfte: 2 Mann, pro Schicht = 1 Mann.

Arbeitszeit: 2 Schichten.

g) Saturation.

Prinzip: Die Dicklauge wird mit Kohlensäure aus dem Lokofen behandelt. Der Prozess verläuft nach folgender Gleichung:



Damit keine Bikarbonatbildung eintritt, muß der Vorgang bei einer Temperatur von 65 bis 80° C stattfinden.

Die Apparatur besteht aus 4 Saturateuren à 28 cbm Füllung und 2 Saturateuren à 15 cbm Füllung.

Die Anordnung der Kohlensäureleitung ist so ausgeführt, daß je ein Saturateur zu 15 und 2 zu 28 cbm zusammen gefahren werden können. Ist das eine Saturationssystem in Betrieb, wird das zweite entleert und neu gefüllt (Wechselbetrieb).

Die Leitungsführung der Kohlensäureleitung selbst ist so ausgeführt, daß die einzelnen Apparate hintereinander oder nebeneinander gefahren werden können. Folgendes Schema zeigt die Schaltung und Fahrweise:

Saturateur 1, 2 und 3 fahren hintereinander:

Saturateur 1 ausgeschaltet, 2 und 3 fahren hintereinander

-Bl. 6 -

SECRET

-Bl. 5 -

SECRET

Saturateur 1 ausgeschaltet, Saturateur 3 fährt als erster, 2 als zweiter:

Saturateur 2 ausgeschaltet, Saturateur 1 und 3 fahren hintereinander:

Saturateur 1 ausgeschaltet, Saturateur 2 und 3 fahren nebeneinander:

Die Fahrzeit für eine Arbeitsperiode eines Systems beträgt ca. 20 bis 24 Stunden.

An Sodalaugen werden 44 cbm erhalten, an wässriger Rohsaure ca. 12 cbm.

Die Sodalaugen enthält im Durchschnitt ca. 9 bis 10 % Na_2CO_3 .

Die Rohsaure selbst enthält ca. 22 bis 24 % Wasser.

Im Laboratorium wird der Saturationsprozeß überwacht. Von den Apparaten werden Proben untersucht und festgestellt, wie weit die Spaltung der Dicklaugen in Rohsaure und Sodalaugen fortgeschritten ist. Derjenige Saturateur, der am weitesten gespalten ist, wird als erster gefahren, damit er die meiste Kohlensäure erhält. Um dies erreichen zu können, ist die im Schema erläuterte Schaltung gebaut worden.

Nachdem die Spaltung der Dicklaugen beendet ist, wird die Anlage ruhen gelassen, damit sich die Sodalaugen und Rohsaure entmischen und getrennt abgezogen werden können.

Für Sodalaugen stehen 2 Behälter à 50 cbm,

" Rohphenol 4 Behälter à 20 cbm zur Verfügung.

Die ausgefallte Rohsaure enthält noch Spuren Natrium-Phenolat. Da dieses auf Schwefelsäure bei höherer Temperatur stark korrodierend wirkt, muß es noch entfernt werden. Hierzu wird die Rohsaure mit 10 % Frischwasser verdünnt, auf den Saturateur 1 gefüllt und nochmals mit Kohlensäure behandelt. Diese so "Nach-gesättigte Rohsaure" wird zur Schwefelsäurewäsche und wird dort

-Bl. 7 -

SECRET

SECRET

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

- Bl.7 -

mit Schwefelsäure 66° B ϕ kongosauer gewaschen.
Die Waschanlage besteht aus 2 ausgebleiten Behältern von 15 cbm Fassungsvermögen, die mit einer Lufrührspinne ausgerüstet sind.

Die bei der Wasche anfallende Natriumsulfatlauge wird zum Brüdenwasser gegeben.

Die gewaschene Rohsäure wird mit einer 10%-igen Sodalaugewaschen und in die Rohsäurestapelgefäße abgelassen. 4 Gefäße à 50 cbm stehen hierzu zur Verfügung. In diesen Behältern muß die Rohsäure mindestens 48 Stunden stehen bleiben, ehe sie weiterverarbeitet werden kann, damit sich die mitgerissenen Wassermengen restlos absetzen. Die Stapelgefäße sind mit einem langen und einem kurzen Saugrohr ausgerüstet, um die Rohsäure herauszunehmen. Mit dem kurzen Saugrohr wird gearbeitet, damit nur Säure und kein Wasser herausgezogen wird. Hat sich Wasser im Laufe der Zeit angesammelt, wird es durch das lange Saugrohr herausgenommen und zum Brüdenwasser gegeben.

Aus den Stapelgefäßen gelangt die abgeruhete Rohsäure mit einem Wassergehalt von ca. 15 % in die Entwässerungsblase, wird dort im Vacuum mittels 2 atü Dampf entwässert. Die bei der Destillation anfallenden Wasser (2 Vorlagen à 20 cbm) werden zur Dünllaug gegeben. Die entwässerte Rohsäure wird in den Stapeltank der Rohkarboldestillation - 240 cbm - befördert und steht dort zur Weiterauspaltung bereit.

Das aus den Saturateuren entweichende Gas enthält noch ca. 6-8 % Kohlen-säure (mittels Urnatepparat bestimmt) und mitgerissene Rohsäure. Es wird daher in einem Kolonnenturm im Gegenstrom mit gekühlter Dicklaug behandelt. Hierdurch werden die Restmengen CO $_2$ gebunden und die Gase abgekühlt. Das nunmehr abfließende Endgas enthält ca. 1 % Kohlen-säure, ist praktisch roh-säurefrei und auf Außentemperatur abgekühlt.

Die zur Berieselung des Kolonnenturmes eingesetzte Dicklaug wird bei der Berieselung angefüllt und wird dann in den Saturateuren fertig gefahren.

Die Untersuchung des Endgases wird Gasanalysen im Laboratorium überwacht.

Von Zeit zu Zeit müssen die Behälter der Anlage durch eine Reinigung von mitgerissenen Teer- und Schlammteilen befreit werden.

Arbeitskräfte: 2 Mann - pro Schicht 1 Mann

Arbeitszeit: durchgehend

In der Nacht wird die Anlage von dem aufsichtsführenden Vorarbeiter mit beobachtet.

4) Kalkofen.

Prinzip: Kalksteine werden mit Koks im Schachtofen gebrannt nach der Gleichung:



Es steht dem Betrieb ein Schachtofen der Firma Eberhardt, Wolfenbüttel, mit einem Tagesdurchsatz von 15 t Kalksteinen zur Verfügung. Ein zweiter Ofen mit 45 t Kalksteinen kann zurzeit nicht betrieben werden. Die Betriebseinrichtungen des Kalkofens sind vollautomatisch und werden durch eine Relaischalteneinrichtung der Firma Siemens-Schuckert gesteuert.

Die Rohkalksteine werden aus dem Kalksteinbruch Rüdersdorf angeliefert. Der Stein selbst besitzt einen CaCO $_3$ -Gehalt von 93 bis 95 %. Das Verhältnis Kalkstein zu Koks beträgt 10 : 1. Der Zug am Ofen wird mittels Boreig-Kompressor bewirkt. Eine Reservemanchine ist vorhanden. Die Saugleistung dieses Kompressors beträgt 12000 cbm in der Stunde. Bei dieser Saugleistung stellt sich der Zug am Ofen auf 120-150 mm Wassersäule

-Bl. 8 -

SECRET

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

- Bl. 8 -

SECRET

Die abgesaugte Kohlensäure durchläuft folgende Reinigungsfilter:

1. Cyklon-Staubreinigung
2. Berieselungsturm - gefüllt mit Kalksteinen und
Berieselung durch Wasser -
3. Naßwäsche mittels Neklösung.

Nach dieser Reinigung gelangt das Gas in den Kompressor. Von dem Kompressor wird das Gas in ein Zwischengefäß gedrückt und strömt von da aus in die Saturated. Der Gasdruck im Kohlensäurenetz beträgt $3/4$ Atm.

Die Gasanalyse des Gases ist im Durchschnitt folgende:

CO ₂	32 %
CO	1 %
O ₂	0,5 %
N ₂	Rest.

Die Brenntemperatur im Ofen liegt zwischen 900 und 1200° C.

Der anfallende gebrennte Kalk wird mittels verdünnter Sodalaug (Gefäß 50 cm), die in der Saturated von der Nachbehandlung der Kohlsäure erhalten wird, gelöscht. Aus dem Ofen wird der gebrennte Kalk unten abgezogen, mittels Schüttelrutsche in eine Drehtrommel befördert und durch Zugabe von verdünnter Sodalaug gelöscht. Die Löschtrommel selbst hat eine Länge von 7 m. Bei diesem Vorgang wird der gebrennte Kalk restlos in Kalkmilch übergeführt, die aus dem Trommelmund herausläuft und durch ein Rostsieb roh vorgereinigt wird. Diese Milch passiert einen Dorr-Klassierer, worin die Gangart herausklassiert wird. Nach dieser Aufbereitung gelangt die Kalkmilch in die 2 Stepalgefäße à 15 m³ und von da aus zur Kaustifizierung.

Die abfallende Gangart wird zur Halde gegeben.

Der Löschvorgang des gebrennten Kalkes wird mit verdünnter Sodalaug durchgeführt, damit die Kalkmilch nicht zu wasserhaltig wird, denn diese Wassermengen müssen im Arbeitsprozess später in der Verdampfung wieder herausgedampft werden, was unnötigen Dampfaufwand kostet.

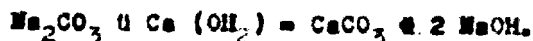
Der Bedarf an Kalksteinen und Koks pro 100 kg Rohphenolverzeugung beträgt 160 kg CaCO₃ und 16 kg Koks. Die Ausbringung an CaO beträgt 52 %, auf Kalksteineinsatz bezogen.

Arbeitskräfte: Löschtrommel 3 Mann, je Schicht 1 Mann,
Steine fahren 9 " " " 3 "

Arbeitszeit: 2 Schichten.

2) Kaustifizierung.

Die Sodalaug aus der Saturated wird mit der Kalkmilch aus dem Kalkofortbetriebes aufgrund der im Laboratorium festgestellten Analyse in entsprechendem Verhältnis zusammengegeben und kaustifiziert. Der Prozess verläuft:



Der Kaustifizierungsvorgang verläuft zu 95 %. Um eine solche hohe Umsetzung zu erreichen, wird mit einem Kalkmilchüberschuss von 5 % gearbeitet.

-Bl. 9 -

SECRET

- Bl. 9 -

Der Kaustifizierung stehen zur Umsetzung der Sodalauge mit Kalkmilch 3 Kocher à 40 cbm und 1 mit 40 cbm Füllungsvermögen zur Verfügung. Die Durchmischung der Reaktionskomponenten geschieht mittels eines Rahmenrührwerkes. Die anfallende Kalkmilch und Sodalauge wird im Laboratorium auf ihren Gehalt untersucht und aus diesen Resultaten unter Berücksichtigung eines 5%-igen Kalküberschusses das Mischungsverhältnis für den zu kochenden Kaust ermittelt. Nach diesen im Laboratorium gemachten Angaben wird im Betriebe der Kaust gefüllt. Durch indirekten und direkten Dampf von 2 atü wird die Kaustfüllung auf 100°C unter stetem Rühren aufgeköcht; Kochdauer ca. 2 Stunden. Mit dem Reaktionsgemisch 100°C erreicht, wird das Rührwerk angehalten und die Füllung mindestens 6 Stunden abruhen gelassen, damit der ausgefallene Kalkschlammniederschlag absetzen kann. Durch einen seitlichen Ablass wird die aufstehende klare Lauge ablaufen gelassen und in einem Kessel gestapelt. (2 Kessel je 50 cbm stehen zur Verfügung). Die im Kocher verbleibende Kalkschlamm-Menge wird durch das Bodenventil abgezogen und mittels Vacuum-Drehfilter filtriert. Von jedem Kaust, der mit 40 000 Liter resp. 30 000 Liter Sodalauge und Kalkmilch gefüllt wurde, je nach Konzentration der einzelnen Komponenten, werden ca. 14 000 Liter klare Kaustlauge mit einem NaOH-Gehalt von ca. 9 % abgezogen. Der Rest - ca. 26 000 Liter muß über die Filter genommen werden. Die Filtrationszeit eines Kaustes ist unterschiedlich, je nach der Filterfähigkeit des Schlammes. Im Durchschnitt dauert die Filtration eines Kaustes etwa 5 bis 6 Stunden. Der Filtrationsvorgang wird in zwei Stufen, einer Vorfiltration und einer Nachfiltration durchgeführt.

Vorfiltration: Der Kalkschlamm wird aus dem Kaust in die Filterwanne der beiden Vorfilter abgelassen. Die beiden Vorfilter sind Vacuum-Zellenfilter der Firma R. Wolff, Buckau. Die Filterfläche beträgt 9,75 qm und 6,50 qm. Das Vacuum an der Apparatur liegt zwischen 250 und 300 mm Torr. Die Filter sind mit einem Getriebe ausgerüstet, und können mit frei Geschwindigkeiten gefahren werden je nach der Filtrationsfähigkeit des angefallenen Kalkschlammes. Der gefilterte Schlamm wird abgeschnitten, fällt in ein Rührwerk, wird mit Wasser angefeuchtet, durch direkten Dampf ausgeköcht und mittels Kreislaspumpe in die Filterwannen der Filter von der 2. Stufe gefördert. Für die zweite Filtration

Nachfiltration: stehen 3 Vacuumzellenfilter der Firma R. Wolff, Buckau, mit 9,75 qm, 6,5 qm und 3,0 qm Oberfläche zur Verfügung. Die technische Ausrüstung dieser Filter ist die gleiche wie die der Vorfiltration. Die Filter der Nachfiltration besitzen noch eine Berieselungsanlage (Schlick'sche Düsen) zur Nachwaschung des Schlammes mit Wasser. Der bei der Nachfiltration abgeschnittene Kalkschlamm fällt in eine Transportbohle von 19 m Länge und wird durch diese auf bereitstehende Anhänger befördert und zur Halde gebracht.

Ausbeute pro Kaust an Kalkschlamm im Durchschnitt 14-15 cbm. Der Abfallkalkschlamm ist CaCO_3 mit 40 bis 45 % Wassergehalt und ca. 3-5 % NaOH. Diese im Kalkschlamm enthaltene Alkalimenge ist Verlust und muß je nach Marktlage durch angekaufte Soda oder Natronlauge ergänzt werden. Pro 100 kg Kalkschlamm Rohsaure-Erzeugung beträgt der Verlust 7 bis 10 kg NaOH. Die anfallende Kaustlauge geht zur Auslaugerei oder wird vertragsgemäß als Regeneratlauge an die Lieferanten von Phenolatlauge zurückgeliefert.

Da der Kalkschlamm eine sehr kleine Korngröße besitzt, wird er beim Ablassen der Kaustlauge aus den fertigen Kausten aufgeschwemmt und gelangt mit in die Stapelgefäße. Diese Gefäße müssen daher in Zeiträumen von etwa 4 bis 6 Monaten von diesen Schlammrückständen gereinigt werden.

-Bl.10-

SECRET

-Bl.10 -

Arbeitskräfte: im Betrieb 4 Mann = je Schicht 1 Mann
 Fuhrbetrieb) nach der Ablage 4 Mann = je Schicht 2 Mann
 auf Ablage 5 Mann = 1 Schicht 3 Mann
 1 " 2 Mann.

Arbeitszeit: 2 Schichten.

2) Rohsauredestillation.

Prinzip: Die angefallene Rohsaure ist ein Gemisch von Phenol, ortho-meta-para-Kresol und den Xylenolhomologen. Dieses Gemisch wird durch fraktionierte Destillation in Kolonnenapparaturen auf Phenol DAB VI mit einem K_F von 39/41⁰ Phenol liuefactum (9-10 % Wasserzusatz zu Phenol DAB VI) Kresol DAB IV Kresol DAB IV mit mindestens 38 % meta-Kresolgehalt Kresol DAB VI ortho-Kresol mit einem K_F von 29-31⁰ Amerikakresol (bis 215⁰ müssen 65-75 % Destillat übergehen) und Phenolpech mit einem K_F von 40-55⁰ nach K.S. aufgearbeitet. Der Versand dieser Waren erfolgt in Kässern resp. Kesselwagen. Für Phenol isolierte Kesselwagen mit Heißeisochlange, für Kresol ohne Heißeisochlange und unisoliert. An Apparaturen stehen zur Verfügung:

	Nr.	Kollierungsvermögen
Blase 1	1	22 cbm
"	2	28 "
"	3	44 "
"	4	40 "
"	5	bombenbeschädigt.
Reinblase		20 cbm

Die Destillation wird mittels 19 atü Dampf und im Vacuum bei 100 bis 120 mm Torr betrieben. Die Vacuumpumpen sind von der Frankfurter Maschinenbau A.G. geliefert. Da diese Pumpen sehr alt sind, (Baujahr 1910), werden sie nur mit 3/4 ihrer Kollierungsleistung gefahren. Danach sollen sie 900 cbm pro Stunde leisten. Durch diese Tatsache ist bedingt, daß das Vacuum in der Apparatur nur mangelhaft ist.

Die Kolonnen auf den Blasen enthalten 80 Glockenböden mit dem Durchmesser 1,50 m. Die Konstruktion der Böden sind Eigenkonstruktion Rütgers. Die Böden selbst sind unterschiedlich, teils besitzen sie 43, teils 37 Glocken pro Boden. Auf jeder Kolonne befindet sich ein Dephlegmator mit einer Kühloberfläche von 39 qm. Die Destillatdämpfe werden mittels Röhren- und Schlangenkühler niedergeschlagen. Zur Kontrolle in der Destillation befindet sich in jeder Blase und in der Destillatleitung über dem Dephlegmator ein Fernthermometer. Das Vacuum wird in der Blase und an den Vorlagen - pro Destillationssystem 2 Vorlagen je 1000 Liter - gemessen.

In den Destillationssystemen 3 und 4 wird vorwiegend Rohsaure fraktioniert destilliert. In den Systemen 1 und 2 Mittellaufe und in der Reinblase apparatur, die aus Nickel besteht, die Fraktion 36 bis 39 zur Erzeugung von Reinphenol.

- Bl.11 -

SECRET

- Bl. 11 -

Die Fullzeiten der Blasen und die Chargendauer der einzelnen Arbeitstage sind folgende:

Blase Nr. Fullzeit Chargendauer

1	8 - 12 Std.	48 - 54 Std.
2	9 - 14 "	59 - 66 "
3	11 - 15 "	79 - 85 "
4	11 - 15 "	77 - 84 "
5	bombenbeschädigt	
Rein	6 - 8 Std.	47 - 52 "

Die Destillationsgeschwindigkeit beträgt durchschnittlich ca. 500 Liter/Std.

Bei der fraktionierten Destillation werden, wie aus anliegender Tabelle ersichtlich, einzelne Fraktionen herausgeschnitten, getrennt gesammelt und wenn soviel Material zusammengekommen ist, wie die Neubefüllung einer Blase benötigt, zur Redestillation gebracht. Die Redestillation wird solange betrieben, bis die gesamte eingesetzte Rohsäure auf Verkaufstypen ausgepalten worden ist.

In folgender Tabelle ist der Destillationsgang und die Ausbeuten der einzelnen Destillationen ersichtlich (s. Tabelle lt. Anlage).

An Stapelgefäßen stehen zur Verfügung:

Kessel, die beheizbar sind,

- 5 à 39 obm
- 5 à 13 "
- 2 à 25 "
- 2 à 10 "

Der Destillationsablauf wird durch das Laboratorium streng überwacht. Ebenso wird hier untersucht, ob die Verkaufsprodukte den vorgeschriebenen Handelstypen entsprechen.

Arbeitskräfte: 3 Mann in der Destillation
pro Schicht 1 Mann
1 " zum Abfüllen von Verkaufswaren
Arbeitszeit: 3 Schichten.

g) Laboratorium.

Das Laboratorium hat die Rohstoffeingänge, Betriebskontrollproben und die Warenausgänge analytisch zu überprüfen.

Arbeitskräfte: 3 Mann, je Schicht 1 Mann
Arbeitszeit: 3 Schichten.

SECRET

- Bl. 12 -

- Bl.12 -

SECRETIV. Laboratoriumsanalysen.a) Betriebsüberwachung.1. Auslaugerei.A) Bestimmung der sauren Öl-Rohphenolgehalt.

In einen Schüttelzylinder von 250 ccm werden 100 ccm Natronlauge von der Dichte 1,15 eingefüllt. Der Lauge ist zur besseren Trennung 0,1 % Disaulgan zugesetzt. Nach kurzen Stehen wird der Zylinder abgesehen, dann werden 100 ccm des zu untersuchenden Öles nachgefüllt, liegt ein kristallisierendes Öl vor, so wird mit 50 ccm Xylol verdünnt. Nachdem 5 Minuten gründlich durchgeschüttelt ist, läßt man Lauge und Öl gut absitzen und liest die Volumenzunahme der Natronlauge ab, die für je 1 ccm 1 % Rohphenolgehalt entspricht.

Ist das zu untersuchende Öl Wasser, so muß es von der Volumenzunahme der Lauge abgezogen werden.

B) Aufnahme der Lauge.

50 ccm Keustlauge werden mit 50 ccm dest. Wasser und 150 ccm Benzol-Kresolgemisch 4:1 in Mischzylinder durchgeschüttelt. Volumenzunahme der wässrigen Schicht 2 % Aufnahme, Spalte 21.

2. Verdampfung.A) Bestimmung der Klarlöslichkeit.

Die Feststellung der Klarlöslichkeit geschieht durch Auflösen von 2 ccm Aresol in 20 ccm chemisch reiner Natronlauge von der Dichte 1,1. Es sind folgende Klassen festgelegt:

1. kaum merkbare Opaleszenz
2. schwache "
3. starke "
4. trüblöslich. "

Für 2 gilt als Vergleich, wenn 5 ccm einer Mischung von 1 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 99 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10 n.-Silbernitratlösung versetzt werden. Die Beobachtung ist 5 Minuten nach dem Zusatz der 1/10 n.-Silbernitratlösung gegen eine dunkle Unterlage bei auffallendem Lichte vorzunehmen.

Für 3 gilt, wenn 5 ccm einer Mischung von 2 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 98 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10 n.-Silbernitratlösung versetzt werden.

Für 4 gilt, wenn 5 ccm einer Mischung von 4 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 96 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10.-Silbernitratlösung versetzt werden.

Die Beobachtung erfolgt wie unter 2.

3. Saturation.A) Prüfung der Laugensaturateure.

100 ccm der Probe werden mit konzentrierter Schwefelsäure kongo-sauer gemacht. Das ausgeschiedene Öl-Laugegemisch wird in einen Maßzylinder mit 1/10 ccm-Einteilung gegeben und der Ölgehalt abgelesen.

Enthält die untersuchte Lauge weniger als 0,5 % Öl, so ist der Saturateur ausgefahren; enthält sie mehr als 0,5 % Öl, muß weiter gefahren werden.

-Bl.13 -

SECRET

- Bl. 13 -

SECRETB) Prüfung des Gases auf Alkali.

100 ccm G1 werden mit 10 ccm Wasser versetzt und kräftig durchgemischt. Nach Entmischen wird zu dem Wasser Methylorange gegeben und dieses mit n/1 HCl titriert. Werden weniger als 0,5 % Alkali bestimmt, ist die Nachsaturation beendet.

4.) Kautifizierung.A) Untersuchung für die Füllung der Kauste.Untersuchung der Sodalaug.

10 ccm Sodalaug werden mit dest. Wasser verdünnt, mit Methylorange und n/1 HCl auf rot titriert (Spalte 5 und 6).

Untersuchung der Kalkmilch-Soda.

10 ccm des Kalksoda-Gemisches werden mit einer Meßpipette abgemessen, Pipette mit Filterpapier abstreifen. Den Inhalt der Pipette auf eine Schottmutsche 3 O 3 bringen, die Pipette mit dest. Wasser nachspülen. Nun wird abgesaugt und mit heißem Wasser nachgewaschen, bis das Filtrat trübt. Die erforderliche Wassermenge beträgt ca. 25 bis 30 ccm. Das Filtrat wird abgekühlt, dann mit n/1 HCl und Phenolphthalein (Spalte 7 und 8) auf farblos titriert. Verbrauchte ccm Spalte 9. Nun wird weiter unter Zugabe von 1/2 ccm Indicarmin und n/1 HCl auf rot titriert. Spalte 10.

Beispiel:

23,2 ccm n/1 HCl für die Titration m. Indicarmin Spalte 10
22,2 " " " " " m. Phenolphthalein Spalte 9

1,0 ccm Differenz.

Soda

Diff. x 2 = ccm Soda = Spalte 11
ccm Soda x 0,53 = % Na_2CO_3 Spalte 12

KautlaugenGesamtalkali:

10 ccm Kautlaugen werden mit n/1 HCl und Methyl rot als Indikator titriert. Spalten 16 + 17.

Freies Alkali.

10 ccm Kautlaug werden mit 20 ccm einer 10%-igen Bariumchloridlösung und 200 ccm Wasser (dest.) durchgeschüttelt und mit Phenolphthalein titriert.

Verbrauchte ccm x 0,4 = freies Alkali, Spalte 18 + 19

Umsatzung:

Verbrauchte ccm von Spalte 18 : ccm von Spalte 16.

Aufnahme:

50 ccm Kautlaug, 50 ccm dest. Wasser und 150 ccm Benzol-Kresolgemisch 4 : 1 werden im Mischzylinder durchgeschüttelt. Volumenzunahme der wässrigen Schicht. 2 = % Aufnahme. Spalte 21.

Kalkschlamm CaOx

10 ccm Kalkschlamm werden mit der Meßpipette abgemessen, auf eine Glasnutsche 3 O 3 scharf abgesaugt, mit 30 ccm heißem Wasser nachgewaschen. Der Filtrerrückstand wird in einen Kolben überführt und mit n/1 HCl und Phenolphthalein titriert. Verbrauchte ccm x 0,28 = % CaO. Spalte 22 + 23.

-Bl. 14 -

SECRET

- Bl. 14 -

25X1A

Abfallkalk.

50 g Abfallkalk werden mit 200 ccm heißem Wasser in einem 500er Stohmann-Kolben gespült, 10 Minuten im Schüttelapparat durchgeschüttelt. Nach dem Erkalten auf 500 ccm aufgefüllt, durchgeschüttelt und filtriert.

100 ccm Filtrat werden mit n/1 HCl und Methylorange titriert, verbrauchte ccm x 0,4 = % Alkali. Spalte 23 - 26.

(Beispiel: Stehe Anlage /Seite 14 a)

5.7 Destillation.**A) Bestimmung des Erstarrungspunktes von Phenol und ortho-Kresol.**

Für Betriebsanalysen wird der Erstarrungspunkt im Reagenzglas ausgeführt.

100 ccm werden in einen 150 ccm fassenden Fraktionskolben, in welchen ein Thermometer von C-360⁰ Dinorm eingeführt wird, solange vorsichtig erhitzt, bis das Thermometer 170⁰ zeigt; dann wird die Flamme fortgenommen, nach 2 Minuten nochmals bis 170⁰ erhitzt und diese Maßnahme nach weiteren 2 Minuten noch ein drittes Mal wiederholt. Dann schließt man an das seitliche Ansatzrohr des Kolbens ein Schlorcalciumrohr an und läßt das Kolbchen auf eine Temperatur, welche 3-4⁰ oberhalb des Erstarrungspunktes liegt, abkühlen, füllt dann in ein völlig trockenes Reagenzrohr; bringt mit dem Thermometer zwecks Impfung einen kleinen Phenolkristall in die Flüssigkeit, rührt unter vorsichtigem Abkühlen, bis der Erstarrungspunkt eintritt; sobald sich das Thermometer etwa 1 Minute lang konstant hält, liest man ab.

B) Einstellen von Thermometer mit Anilin zur Anfertigung der Siedeanalyse.

100 ccm Anilin chem. rein (Kahlbaum) werden aus einem 150 ccm fassenden Destillationskolben destilliert. Sind ca. 50 % destillat übergegangen, so wird das Thermometer auf 184,4⁰ C eingestellt. Mit dem so eingestellten Thermometer werden die Siedepunkte von Kresol durchgeführt.

Anilin und seine Dämpfe sind giftig! Achtung!

a) Bestimmung der Kresole.

Nach Von den laufenden kresoligen Destillationen werden Proben untersucht nach ihrer Siedeanalyse.

Bei Siedepunkt von 194⁰ wird auf verkaufsfertigen Kresol DAB 4 umgestellt.

b) Untersuchung der Ausgangsprodukte.**1. Phenol.****A) Phenol DAB 6 (Kristallkarbolsäure EP 39/41⁰, acidum carbolium).**

Farblose, dünne, lange, zugespitzte Kristalle oder weiße, strahlig kristallische Masse; Phenol riecht eigenartig; an der Luft färbt es sich allmählich rosa; es löst sich in 15 Teilen Wasser und ist leicht löslich in Weingeist, Äther, Chloroform, Glycerin, Schwefelkohlenstoff, fetten Ölen und in Natronlauge.

Erstarrungspunkt 39 - 41⁰; Siedepunkt 178 - 182⁰. In einer Lösung von 2 g Phenol in 1 ccm Weingeist rufen 2 Tropfen Eisenchloridlösung eine schmutzgrüne Färbung hervor, die beim Verdünnen mit 100 ccm Wasser in eine violette, ziemlich beständige Färbung übergeht. Werden 20 ccm einer wässrigen Phenollösung, die 0,1 g

- Bl.15 -

SECRET

SECRET

- Bl. 15 -

25X1A

in 1 Liter. enthält, tropfenweise mit Bromwasser bis zur bleibenden Gelbfärbung versetzt, so entsteht eine milchige Trübung; allmählich tritt Klärung unter Abscheidung eines schwach gelblich gefärbten Niederschlages ein.

Die wässrige Lösung (1 + 15) muß klar sein (Kresole); sie darf Lackmuspapier nur schwach röten.

0,2 g Phenol dürfen beim Erhitzen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

B) Phenolum liquefactum DAB 6 (verflüssigtes Phenol). verflüssigtes Karbolsäure. Acidum carbolicum liquefactum:

Phenol 10 Teile
Wasser 1 Teil.

Das Phenol wird bei gelinder Wärme geschmolzen und dann mit dem Wasser gemischt.

Klare, farblose oder schwach rötliche Flüssigkeit.

Dichte 1,063 bis 1,066.

10 ccm verflüssigtes Phenol dürfen bei 20° nach Zusatz von 2,5 ccm Wasser nicht getrübt werden, müssen aber nach weiterem Zusatz von 0,5 ccm Wasser eine Trübung zeigen. Diese trübe Mischung muß nach Zusatz von 115 ccm Wasser eine Lösung geben, die höchstens opalisierend getrübt sein darf.

2.) Kresole.

- A) Rohkresol DAB 4 M II (mit mind. 30 % Metakresolgehalt).
- B) Rohkresol DAB 4 M II (mit mind. 35-36 % Metakresolgehalt).
- C) Kresol DAB 4 B I) (mit mind. 38 % Metakresolgehalt).
- D) Rohkresol DAB 4 B II) (mit mind. 40 % Metakresolgehalt).
- E) Rohkresol DAB 6 (mit mind. 50 % Metakresolgehalt).

Diese Kresole haben den Anforderungen des Deutschen Arzneibuches 4 zu entsprechen und werden nach dessen Vorschriften untersucht.

Klare, gelbliche oder gelblichbraune, beim Aufbewahren dunkler werdende, brenzlich riechende Flüssigkeit, die in viel Wasser bis auf wenige Flocken, in Weingeist oder Äther völlig löslich ist.

Wassergehalt:

100 ccm Kresol werden in einem 150 ccm Fraktionierkolben gefüllt und dreimal auf 180° erhitzt. Die Pause zwischen den einzelnen Erhitzungen soll 5 Minuten betragen. Als Vorlage dient ein Meßzylinder mit 1/10 ccm-Einteilung, der das Wasser und Kresoldestillat aufnimmt. Nach dreimaligen Erhitzen gibt man Kochsalz in den Meßzylinder, so daß eine etwa 20 %ige NaCl-Lösung entsteht, schüttelt gut durch und läßt absetzen. Der Wassergehalt ist sodann unmittelbar in Prozent abzulesen.

Nichte.

Das spezifische Gewicht wird mittels Mohr'scher Waage durchgeführt. Es liegt bei 20° bei 1,053.

- Bl. 16 -

SECRET

SECRET

- Bl. 16 -

Siedeanlage.

Die Untersuchungsvorrichtung besteht aus einem kugelförmigen kupfernen Siedegefäß von 65 mm ϕ , 150 ccm Inhalt, 0,6 - 0,7 mm Wanddicke. Zur Aufnahme des Siederohres besitzt das Gefäß einen Stutzen von 25 mm Länge, 20 mm unterer und 22 mm oberer l.W. Das mit einem Korken darin befestigte Siederohr von 11 mm l.W. und 150 mm Länge ist in der Mitte zur Kugel erweitert.

Ein Ansatzrohr von 8 mm l.W. und 120 mm Länge ist 10 mm über der Kugel unter einem Winkel von 70-80° angeschmolzen. Das Quecksilbergefäß des im Siederohr untergebrachten Thermometers, das aus möglichst dünnwandigen Glas bestehen soll und nicht mehr als den halben Durchmesser des Siederohres haben soll, muß sich in der Mitte der Kugel befinden. Das Siedegefäß steht auf einer Asbestplatte mit freisförmigen Ausschnitt von 50 mm ϕ auf einem Ofen, dessen Wandung 10 mm vom oberen Rand mit 4 runden Öffnungen zum Austritt der Verbrennungsgase versehen ist. Es wird durch einen einfachen Bunsenbrenner von 7 mm Rohrdurchmesser mit blau brennender Flamme erhitzt. Als Kühlrohr dient ein Glasrohr von 18 mm l.W. und 800 mm Länge, das so geneigt ist, daß sich der Ausfluß 100 mm tiefer als der Eingang befindet, 100 ccm werden in dieser Vorrichtung so abdestilliert, daß in der Sekunde 2 Tropfen fallen. Das bis zu den jeweils vorgeschriebenen Siedegrenzen übergehende Destillat wird in einen graduierten Standzylinder aufgefangen und der Prozentgehalt jeweils abgelesen.

Metakresolgehaltsbestimmung.

In einen trockenen Mischzylinder von 10 ccm Inhalt werden 10 ccm des zu untersuchenden Kresols eingefüllt und auf der Analysenwaage auf 0,1 mg genau gewogen. Nach Entleeren des Zylinders in einen weithalsigen Erlenmeyerkolben von 750 ccm Inhalt wird der Mischzylinder zurückgewogen. Aus der Differenz der beiden Gewichte errechnet sich die Einwaage.

Aus einer Burette werden 15 ccm chem. reine Schwefelsäure vom spez. Gewicht 1,84 zu dem Kresol gegeben und durch Umschütteln des Kresols mit der Säure gut vermischt. In einem elektrischen Wärmeschrank wird der Erlenmeyerkolben eine Stunde lang auf 90° erwärmt. (Sulfurierung).

Nach einer Stunde wird der Kolben aus dem Wärmeschrank genommen und auf 20° abgekühlt, indem man ihn auf eine kalte Unterlage stellt, ca. 1 Stunde lang.

Unter einem gut ziehenden Abzug wird zu dem Kolbeninhalt in einem Guß 90 ccm Salpetersäure von der Dichte 1,4 hinzugegeben. Durch kräftiges Umschütteln wird das Sulfurierungsgegemisch mit der Salpetersäure gut durchgemischt. Nunmehr beginnt die Nitrierungsreaktion, was sich durch Entwicklung von rotbraunen Dämpfen anzeigt.

Der Kolben bleibt solange stehen, bis die Flüssigkeit keine Gasentwicklung mehr erkennen läßt, und sich bis auf Zimmertemperatur abgekühlt hat.

Hierauf läßt man den Kolbeninhalt mit einer kleinen Menge Trinitrometakresol an und schüttelt solange kräftig um, bis sich das Trinitrometakresol in kleinen Kristallen ohne Klumpenbildung ausgeschieden hat. Hierauf setzt man 90 ccm destilliertes Wasser zu und läßt 2 Stunden stehen.

-Bl. 17 -

SECRET

SECRET

25X1A

- Bl. 17 -

Der Kolbeninhalt wird in eine vorher gewichtskonstant getrocknete Glasfilternutsche Nr. 97 C 3 abgesaugt. Bei den Absaugen ist darauf zu achten, daß die Hauptmenge der Kristalle möglichst mit der Flüssigkeit durch Umschütteln auf die Nutsche gelangt. Der im Kolben verbleibende Rest wird mit ca. 40-50 ccm Wasser quantitativ auf die Nutsche gespült. Anschließend wird schneef abgesaugt und mit ca. 60 ccm Wasser das Filtrat sorgfältig ausgewaschen. Die Gesamtwaschwassermenge darf nicht 100 ccm überschreiten. Nach dem Auswaschen wird die Nutsche in dem elektrischen Wärmeschrank bei 95° gewichtskonstant getrocknet. Der Metakresolgehalt errechnet sich mit dem Analysenfaktor für Trinitrometakresol von 1,74 wie folgt:

$$\text{Formel: } \frac{100 \times \text{Auswaage}}{1,74 \times \text{Einwaage}} = \% \text{ Metakresol.}$$

3. Sonderprodukte.

A) Orthokresol, rein kristallisiert.

Farbe: farblos bis gelbliche oder rötliche Kristallmasse.

Erstarrungspunkt: 29 - 31°.

Siedegrenzen: mind. 95 % innerhalb 1,5°
" " " " 2,0°

Wassergehalt: höchstens 0,3 %

Pyridingehalt: " 0,1 %

Klarlöslichkeit: in Natronlauge klarlöslich.

B) Orthokresol, techn. rein ca. 85 %:

Wassergehalt: max. 0,5 %

Siedeverhalten: Siedebeginn etwa 190°
95 % sollen bis 203° überdestilliert sein.

Der Siedeverlauf wird in der für Kresol G vorgesehenen Apparatur bestimmt.

Orthokresol-Bestimmung durch Ermittlung des Erstarrungspunktes: Die Bestimmung des Erstarrungspunktes erfolgt nach dem für Kristallkohlensäure vorgesehenen Verfahren nach Entwässerung des 85%-igen o-Kresols mit Shukoff mit einem 1/10 eingeteilten, etwa 25 cm langen Thermometer, dessen Skala von + 20 bis - 50° reicht. Der gefundene EP des o-Kresols soll über + 20° liegen. Der o-Kresolgehalt des untersuchten o-Kresols wird mit Hilfe folgender Tabelle festgestellt:

EP des entw. Kresols	+ 19°	Gehalt an reinem o-Kresol	80 %
" " " "	+ 21°	" " " "	85 %
" " " "	+ 24°	" " " "	90 %
" " " "	+ 26,5°	" " " "	95 %

C) Amerikakresol:

Siedegrenzen: (Normal-Destillationsapparatur)

bei 215° etwa 16 %, möglichst nicht darunter
max. 75%

bei 225° etwa 95 %

Die restlichen 5 % sollen etwa bei 230-235° übergehen.

D) Phenolprobi

Untersuchung nach Erstarrungspunkt-Methode- Krämer-Sarnow.
EP je nach Chargenausfall.

SECRET

1881

LEADS

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

Be 107101

	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23
	Na ₂ CO ₃	Ca ₂ O	Phenol-	Indi-	Na ₂ CO ₃		Milk	Soda-		Caustic-	Proton		Un-						
	or	or	or	or	or					or	or								
	Methyl-	Phenolite.																	
	Orange																		
	10.0	22.5	22.5	24.0	24.0	15.0	1.6	0.05	14100	33900	20.5	8.40	29.2	7.08	25	12	8.2	2.34	

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

1000000

100

25X1A

SECRET

Die Rohschmelzdestillation ergibt folgende Ausbeuten an Zwischenfraktionen, die weiterhin auf
Reinprodukte redestilliert werden:

% vom Einsatz	Phenol	0/15	15/25	25/30	30/36	36/39	Kresol B 1 B 2	Orthe 20/27	Rückstand 1	Rückstand 2
Verlauf	5,25	11,05	1,39	1,72	1,03	2,50	0,90	1,72	2,35	5,12
Phenol B 1 B 2	-	-	-	-	-	04,37	-	-	-	-
36/39	19,54	-	12,12	46,91	62,07	-	-	-	-	-
30/36	7,89	16,33	11,16	12,79	17,23	-	-	-	-	-
25/30	1,91	12,84	4,54	3,04	3,44	-	-	6,09	4,36	-
15/25	8,05	23,52	31,70	11,22	3,44	-	-	17,24	11,39	-
0/15	3,99	-	-	13,14	-	-	-	-	-	-
Orthe 20/27	-	21,40	27,59	-	-	-	-	51,71	19,69	-
Orthe rein krist. 20/31	-	-	-	-	-	-	-	13,79	-	-
Kresol B 1 B 2	29,91	13,52	-	-	-	-	57,70	-	43,47	12,50
Kresol B 1 B 2	-	-	-	-	-	-	29,40	-	-	-
Amerikakresol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	18,75
Rückstand 1	-	10,18	10,60	10,34	12,11	12,50	11,25	8,10	-	-
Rückstand 2	23,98	-	-	-	-	-	-	-	17,39	-
Rückstand 3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	61,50
Phenolpach	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Verlust	-	0,56	0,90	0,84	0,68	0,63	0,73	0,33	1,35	2,13
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

SECRET